



# Tratamento de superfície biológico de rolhas de cortiça

**DANIEL DOS SANTOS CAMPOS**

Novembro de 2016

# Tratamento de superfície biológico de rolhas de cortiça

Daniel dos Santos Campos, nº 1100810

Novembro de 2016

Orientação: Empresa - Eng. Paulo Gil; ISEP - Eng. Susana Sousa



Tratamento de superfície biológico de rolhas de cortiça



## Agradecimentos

Gostaria de iniciar esta dissertação ao agradecer e expressar o meu reconhecimento a algumas entidades e todos aqueles que me ajudaram ao longo desta etapa:

À Amorim & Irmãos, S. A. pela oportunidade concedida de trabalhar numa grande empresa e a todos os seus trabalhadores me ajudaram a integrar desde o primeiro instante e que me ajudaram a integrar na empresa.

Ao meu orientador na empresa Amorim & Irmãos, S. A., Diretor da Engenharia do Produto, o Engenheiro Paulo Gil, pela sua disponibilidade em me ajudar em qualquer momento e também pelos seus conhecimentos transmitidos.

À minha orientadora no ISEP, a Engenheira Susana Sousa pela sua disponibilidade em me ajudar em qualquer momento.

À Doutora Isabel Roseira pelo seu apoio e disponibilidade.

Ao Engenheiro Paulo Santos pelo seu apoio e disponibilidade.

Ao Ricardo Almeida pela ajuda e disponibilidade primeiras semanas de trabalho que facilitaram a minha integração na empresa.

À doutora Sandra Ramos pela disponibilidade em me ensinar como tratar os dados estatisticamente.

A todos os funcionários dos laboratórios da Portocork e da Amorim Distribuição pela disponibilidade e simpatia.

A todas as amigas criadas no Instituto Superior de Engenharia do Porto, com especial agradecimento ao Bruno Santos, Diogo Ribeiro, Gonçalo Marques e Nelson Pinto, que foram os que mais me apoiaram nesta fase.

Aos meus pais pelo constante apoio e por todas as condições fornecidas.

À Sofia Gonçalves por todo o apoio, compreensão e amizade.

## Resumo

A presente dissertação teve como objetivo a validação em aplicação industrial dos estudos realizados pelo departamento de Investigação & Desenvolvimento (I&D) no âmbito da pesquisa e validação de produtos de origem biológica para tratamento de superfície de rolhas naturais.

Atualmente, para lubrificar as rolhas de cortiça de modo a facilitar a sua inserção e extração em garrafa são usados produtos sintetizados como parafinas (derivados de petróleo) e silicones. A Amorim & Irmãos, sensível a este problema, teve então o objetivo de encontrar um ou mais produtos de origem 100% natural que possam substituir os produtos atualmente utilizados para esse efeito.

O departamento de Investigação & Desenvolvimento estudou vários produtos biológicos de diferentes fornecedores, como cera de candelilla e mistura de ceras de diferentes origens naturais, e concluiu-se que a cera de abelha é o produto que apresenta as melhores características para substituir os produtos atualmente usados no tratamento de superfície de rolhas de cortiça (parafinas e silicones).

Usando como base o estudo iniciado pelo departamento de Investigação & Desenvolvimento e as indicações da ficha técnica dos produtos usados, procurou-se a melhor metodologia de aplicação da cera de abelha.

As rolhas tratadas com este produto apresentam forças de extração superiores às forças de extração obtidas com as rolhas com o tratamento de referência, mas dentro dos limites de especificação (15 e 45 daN). Os resultados de migração em garrafa obtidos são elevados, principalmente quando a garrafa está sujeita a altas temperaturas, onde foram piores que as rolhas de referência. Quanto à absorção, os resultados obtidos com as rolhas tratadas com a cera de abelha apresentaram resultados semelhantes aos resultados obtidos com as rolhas com o tratamento de referência, mas ligeiramente mais baixos.

Concluiu-se que este produto pode ser usado no processo industrial de tratamento de superfície de rolhas de cortiça com a salvaguarda suplementar de que não é indicado para o engarrafamento de vinho a quente e para vinhos que irão estar armazenados e/ou transportados em locais com temperaturas acima dos 30°C.

**Palavras chave:** Cortiça, rolhas, tratamento de superfície, silicone, parafina, cera de abelha, produto biológico, forças de extração, migração, absorção, capilaridade.

## Abstract

This thesis had as objective the validation in industrial application of the studies conducted by the Research & Development in the framework of research and validation of biological products for surface treatment of natural corks.

Currently, to lubricate the corks so that they are easier to insert and extract from the bottleneck are used synthesized products derived by petroleum (paraffins and silicones). Amorim & Irmãos S. A., sensitive to this problem, aimed to find one or more 100% natural products that can replace the products currently used for this purpose.

The Research & Development has studied various organic products from different suppliers, such as candelilla wax and mixtures of waxes of different natural origins, and concluded that the beeswax is the product with the best features to replace the products currently used in the surface treatment of cork.

Using as a basis the methodology indicated by the Research & Development and methodologies present in the technical specifications of the products, the best methodology of beeswax application was studied.

The corks treated with this product have higher extraction forces comparatively with the stoppers with the reference treatment, but within the specification limits (15-45 daN). The migrations in bottle results obtained are high, especially when the bottle is subject to high temperatures, which were worse than the reference corks.

It was concluded that this product can be used in surface treatment of cork with the additional safeguard that is not suitable for the hot wine bottling and wine that will be stored and/or transported in temperatures above 30°C.

**Keywords:** Cork, stoppers, surface treatment, silicone, paraffin, beeswax, organic product, extraction forces, migration, absorption, capillarity.

## Índice geral

<b>1. Introdução</b>	- 1 -
1.1. A cortiça	- 1 -
1.1.1. Tipos de cortiça	- 2 -
1.1.2. Estrutura celular	- 2 -
1.1.3. Composição química	- 4 -
1.1.4. Propriedades da cortiça	- 5 -
1.1.5. Processo de preparação da cortiça	- 7 -
1.1.6. Produção de rolhas naturais	- 8 -
1.2. Tratamento de superfície de rolhas de cortiça	- 10 -
1.2.1. Parafina	- 11 -
1.2.2. Silicone	- 12 -
1.2.3. Seleção do tratamento de superfície	- 13 -
1.2.4. Tratamento de superfície biológico	- 14 -
1.3. O mercado da cortiça	- 14 -
1.4. A empresa Amorim & Irmãos, S. A.	- 17 -
1.5. Objetivos do trabalho	- 20 -
<b>2. Procedimento experimental</b>	- 22 -
2.1. Calibração da máquina de tratamento de superfície de rolhas de cortiça	- 22 -
2.1.1. Velocidade de rotação	- 22 -
2.1.2. Pulverização de produto	- 22 -
2.2. Tratamento de superfície de rolhas de cortiça com cera de abelha	- 23 -
2.3. Determinação da quantidade de produto aplicada	- 23 -
2.4. Engarrafamento	- 24 -
2.5. Forças de extração	- 25 -
2.6. Absorção em garrafa	- 26 -
2.7. Migração	- 26 -
2.8. Capilaridade	- 26 -
2.9. Teor em pó	- 26 -
2.10. Comportamento à vedação	- 27 -
2.11. Análise estatística	- 27 -
<b>3. Resultados e discussão</b>	- 29 -
3.1. Calibração da máquina de rotação	- 29 -
3.1.1. Velocidade de rotação	- 29 -
3.1.2. Calibração da quantidade de produto pulverizada pela máquina	- 29 -

3.2.	Primeira série de ensaios .....	- 30 -
3.2.1.	Quantidade de produto aplicada .....	- 30 -
3.2.2.	Forças de extração.....	- 31 -
3.2.3.	Migração.....	- 33 -
3.2.4.	Absorção em garrafa.....	- 34 -
3.3.	Segunda série de ensaios.....	- 35 -
3.3.1.	Extração ao fim de 3 dias.....	- 36 -
3.3.2.	Extração ao fim de 8 dias.....	- 41 -
3.3.3.	Capilaridade.....	- 51 -
3.4.	Terceira série de ensaios .....	- 51 -
3.4.1.	Extração ao fim de 8 dias.....	- 52 -
3.4.2.	Capilaridade.....	- 64 -
3.4.3.	Teor de pó libertado .....	- 64 -
3.4.4.	Comportamento à vedação.....	- 65 -
3.5.	Engarrafamento em cave .....	- 65 -
3.5.1.	Extração ao fim de 1 mês.....	- 66 -
3.5.2.	Resultados – Extração ao fim de 3 meses .....	- 68 -
<b>4.</b>	<b>Conclusão .....</b>	<b>- 71 -</b>
	<b>Bibliografia.....</b>	<b>- 72 -</b>
	<b>Anexos .....</b>	<b>- 76 -</b>
	Anexo A. Resultados obtidos na primeira série de ensaios – Extração após 3 dias.....	- 76 -
	Anexo A.1. Ensaio 1 .....	- 76 -
	Anexo A.2. Ensaio 2 (rolhas numeradas previamente despoeiradas e aquecidas) ....	- 80 -
	Anexo A.3. Ensaio 2 (rolhas numeradas não despoeiradas e aquecidas).....	- 84 -
	Anexo A.4. Ensaio 3.....	- 88 -
	Anexo A.5. Ensaio 3.R1.....	- 92 -
	Anexo A.6. Ensaio 3.R2.....	- 96 -
	Anexo A.7. Ensaio 4.....	- 99 -
	Anexo A.8. Ensaio 5.....	- 103 -
	Anexo A.9. Rolhas com o tratamento de referência .....	- 107 -
	Anexo B. Resultados obtidos na segunda série de ensaios após 3 dias em garrafa....	- 110 -
	Anexo B.1. Ensaio 4.R1.....	- 110 -
	Anexo B.2. Ensaio 4.R2.....	- 113 -
	Anexo B.3. Ensaio 5.R1.....	- 116 -
	Anexo B.4. Ensaio 5.R2.....	- 119 -

Anexo C. Resultados obtidos na segunda série de ensaios ao fim de 8 dias em garrafa.....	- 122 -
Anexo C.1. Ensaio 4.R1 .....	- 122 -
Anexo C.2. Ensaio 4.R2 .....	- 123 -
Anexo C.3. Ensaio 5.R1 .....	- 125 -
Anexo C.4. Ensaio 5.R2 .....	- 126 -
Anexo C.5. Rolhas com o tratamento de referência .....	- 128 -
Anexo D. Resultados de capilaridade obtidos com as rolhas da segunda série de ensaios	- 129 -
Anexo E. Resultados obtidos na terceira série de ensaios ao fim de 3 dias em garrafa	- 130 -
Anexo E.1. Ensaio 6.....	- 130 -
Anexo E.2. Ensaio 7.....	- 131 -
Anexo E.3. Ensaio 8.....	- 133 -
Anexo E.4. Ensaio 9.....	- 134 -
Anexo E.5. Ensaio 10 .....	- 136 -
Anexo E.6. Ref. 1.....	- 137 -
Anexo E.7. Ref. 2.....	- 139 -
Anexo E.8. Ref. 3.....	- 140 -
Anexo E.9. Ref. 4.....	- 142 -
Anexo E.10. Ref. 5 .....	- 143 -
Anexo F. Resultados de capilaridade obtidos com as rolhas da segunda série de ensaios.	- 145 -
Anexo G. Teor de pó libertado nas rolhas da terceira série de ensaios.....	- 146 -
Anexo H. Teste de comportamento à vedação das rolhas da terceira série de ensaios	- 147 -
Anexo I. Teste de Kruskal-Wallis .....	- 148 -
Anexo I.1. Primeira série de ensaios.....	- 148 -
Anexo I.2. Segunda série de ensaios após 3 dias em garrafa.....	- 150 -
Anexo I.3. Segunda série de ensaios após 8 dias em garrafa.....	- 153 -
Anexo I.3.1. Temperatura ambiente .....	- 153 -
Anexo I.3.2. À temperatura de 1°C.....	- 154 -
Anexo I.3.2. À temperatura de 37°C.....	- 155 -
Anexo I.4. Terceira série de ensaios após 8 dias em garrafa .....	- 156 -
Anexo I.4.1. Temperatura ambiente .....	- 156 -
Anexo I.4.2. 1°C.....	- 158 -
Anexo I.4.3. 37°C.....	- 160 -



Anexo I.5. Rolhas engarrafadas em cave.....	- 161 -
Anexo I.5.1. Após 1 mês .....	- 161 -
Anexo I.5.2. Após 3 mês .....	- 162 -

## Índice de figuras

Figura 1.1: Mapa de localização de montado de sobro e respetivas áreas, em hectares [2].- 1	-
Figura 1.2: Produção anual de cortiça por país [4]. .....	- 2 -
Figura 1.3: Estrutura celular da cortiça. A: Corte tangencial; B: Corte transversal [7]. .....	- 3 -
Figura 1.4: Representação esquemática da formação da cortiça: A - Entrecasco após o descortiçamento; B - 30 dias depois; C - No fim do Outono; D - 9 anos depois [7].....	- 3 -
Figura 1.5: Descortiçamento [21] .....	- 7 -
Figura 1.6: Fórmula estrutural de uma cadeia de silicone [34] .....	- 12 -
Figura 1.7: Esquema da estrutura da Corticeira Amorim, S. G. P. S. [44] .....	- 17 -
Figura 1.8: Rolhas produzidas pelas diferentes unidades da Amorim & Irmãos [45].....	- 20 -
Figura 2.1: Distribuição Normal [45] .....	- 28 -
Figura 3.1: Curva de calibração da velocidade de rotação do tambor. ....	- 29 -
Figura 3.2: Curva de calibração da quantidade de produto pulverizada. ....	- 29 -
Figura 3.3 Diagramas de caixa com os dados das forças de extração após 3 dias em garrafa .....	- 32 -
Figura 3.4: Diagramas de caixa obtidos com os dados de migração após 3 dias em garrafa..	- 34 -
Figura 3.5: Diagramas de caixa obtidos com os dados da absorção após 3 dias em garrafa..	- 35 -
Figura 3.6: Diagramas de caixa obtidos para as forças de extração após 3 dias em garrafa. .	- 38 -
Figura 3.7: Diagramas de caixa obtidos com os dados da migração após 3 dias em garrafa..	- 39 -
Figura 3.8: Diagramas de caixa obtidos com os dados da absorção após 3 dias em garrafa..	- 40 -
Figura 3.9: Diagramas de caixa obtidos com os dados das forças de extração ao fim de 8 dias em garrafa à temperatura ambiente.....	- 42 -
Figura 3.10: Diagramas de caixa obtidos com os dados da absorção obtidos ao fim de 8 dias em garrafa à temperatura ambiente. ....	- 43 -
Figura 3.11: Diagramas de caixa obtidos com os dados das forças de extração obtidos ao fim de 8 dias em garrafa a 1°C.....	- 44 -
Figura 3.12: Diagramas de caixa obtidos com os dados da absorção obtidos ao fim de 8 dias em garrafa a 1°C. ....	- 46 -
Figura 3.13: Diagramas de caixa obtidos com os dados das forças de extração obtidos ao fim de 8 dias em garrafa a 37°C.....	- 47 -
Figura 3.14: Diagramas de caixa obtidos com os dados das forças de extração obtidos ao fim de 8 dias em garrafa a 37°C.....	- 48 -
Figura 3.15: Diagramas de caixa obtidos com os dados das forças de extração.....	- 53 -
Figura 3.16: Diagramas de caixa obtidos com os dados de migração. ....	- 54 -

Figura 3.17: Diagramas de caixa obtidos com os dados de absorção. ....	- 55 -
Figura 3.18: Diagramas de caixa obtidos com os dados das forças de extração. ....	- 57 -
Figura 3.19: Diagramas de caixa obtidos com os dados de absorção. ....	- 59 -
Figura 3.20: Diagramas de caixa obtidos com os dados das forças de extração. ....	- 60 -
Figura 3.21: Diagramas de caixa obtidos com os dados de migração. ....	- 61 -
Figura 3.22: Diagramas de caixa obtidos com os dados de absorção. ....	- 62 -
Figura 3.23: Diagramas de caixa obtidos com os dados das forças de extração. ....	- 66 -
Figura 3.24: Diagramas de caixa obtidos com os dados de absorção. ....	- 68 -
Figura 3.25: Diagramas de caixa obtidos com os dados das forças de extração. ....	- 69 -
Figura 3.26: Diagramas de caixa obtidos com os dados de absorção. ....	- 70 -

## Índice de tabelas

Tabela 1.1: Composição química da cortiça e características de cada componente [5, 7, 10].- 4 -	
Tabela 1.2: Unidades industriais da Amorim & Irmãos e respectivas atividades [44]. ....	- 18 -
Tabela 2.1: Informações sobre os ensaios realizados. ....	- 25 -
Tabela 3.1: Valores obtidos referentes à quantidade de produto aplicada, para cada ensaio realizado. ....	- 30 -
Tabela 3.2: Valores obtidos referentes às forças de extração após 3 dias em garrafa. ....	- 31 -
Tabela 3.3: Resumo dos valores obtidos referentes à migração, para cada ensaio realizado após 3 dias em garrafa. ....	- 33 -
Tabela 3.4: Valores obtidos referentes à absorção de solução, para cada ensaio realizado após 3 dias em garrafa. ....	- 34 -
Tabela 3.5: Valores das forças de extração obtidos da segunda série de ensaios após 3 dias em garrafa. ....	- 37 -
Tabela 3.6: Valores obtidos referentes à migração na segunda série de ensaios após 3 dias em garrafa. ....	- 38 -
Tabela 3.7: Resumo dos valores obtidos referentes à absorção de solução na segunda série de ensaios após 3 dias em garrafa. ....	- 40 -
Tabela 3.8: Resumo dos valores obtidos da força de extração ao fim de 8 dias em garrafa à temperatura ambiente. ....	- 41 -
Tabela 3.9: Valores obtidos da migração ao fim de 8 dias em garrafa à temperatura ambiente. ....	- 42 -
Tabela 3.10: Valores de absorção obtidos ao fim de 8 dias em garrafa à temperatura ambiente. ....	- 43 -
Tabela 3.11: Valores das forças de extração obtidos ao fim de 8 dias em garrafa a 1°C. ....	- 44 -
Tabela 3.12: Valores de migração obtidos ao fim de 8 dias em garrafa a 1°C. ....	- 45 -

Tabela 3.13: Valores de absorção obtidos ao fim de 8 dias em garrafa a 1°C .....	- 45 -
Tabela 3.14: Valores de absorção obtidos ao fim de 8 dias em garrafa a 37°C.....	- 46 -
Tabela 3.15: Valores de migração obtidos ao fim de 8 dias em garrafa a 37°C.....	- 47 -
Tabela 3.16: Valores de absorção obtidos ao fim de 8 dias em garrafa a 37°C.....	- 48 -
Tabela 3.17: Valores das forças de extração a diferentes temperaturas .....	- 49 -
Tabela 3.18: Valores de migração a diferentes temperaturas.....	- 50 -
Tabela 3.19: Valores de absorção a diferentes temperaturas.....	- 50 -
Tabela 3.20: Resumo dos valores obtidos no teste de capilaridade. ....	- 51 -
Tabela 3.21: Resumo dos valores das forças de extração obtidos ao fim de 8 dias em garrafa à temperatura ambiente .....	- 52 -
Tabela 3.22: Resumo dos valores de migração obtidos ao fim de 8 dias em garrafa à temperatura ambiente. ....	- 54 -
Tabela 3.23: Resumo dos valores de absorção obtidos ao fim de 8 dias em garrafa à temperatura ambiente. ....	- 55 -
Tabela 3.24: Resumo dos valores das forças de extração obtidos ao fim de 8 dias em garrafa a 1°C.....	- 56 -
Tabela 3.25: Resumo dos valores de migração obtidos ao fim de 8 dias em garrafa a 1°C....	- 57 -
Tabela 3.26: Resumo dos valores de absorção obtidos ao fim de 8 dias em garrafa a 1°C....	- 58 -
Tabela 3.27: Resumo dos valores das forças de extração obtidos ao fim de 8 dias em garrafa a 37°C.....	- 59 -
Tabela 3.28: Resumo dos valores de migração obtidos ao fim de 8 dias em garrafa a 37°C..	- 60 -
Tabela 3.29: Resumo dos valores de absorção obtidos ao fim de 8 dias em garrafa a 37°C..	- 62 -
Tabela 3.30: Valores das forças de extração a diferentes temperaturas .....	- 63 -
Tabela 3.31: Valores de migração a diferentes temperaturas.....	- 63 -
Tabela 3.32: Valores de absorção de vinho a diferentes temperaturas. ....	- 64 -
Tabela 3.33: Resumo dos valores obtidos no teste de capilaridade. ....	- 64 -
Tabela 3.34: Resumo dos valores obtidos na determinação de pó liberado por rolha. ....	- 65 -
Tabela 3.35: Resumo dos valores das forças de extração obtidos ao fim de 1 mês. ....	- 66 -
Tabela 3.36: Resumo dos valores da migração obtidos ao fim de 1 mês. ....	- 67 -
Tabela 3.37: Resumo dos valores de absorção obtidos ao fim de 1 mês. ....	- 67 -
Tabela 3.38: Resumo dos valores das forças de extração obtidos ao fim de 3 meses. ....	- 68 -
Tabela 3.39: Resumo dos valores de migração obtidos ao fim de 3 meses.....	- 69 -
Tabela 3.40: Resumo dos valores de absorção obtidos ao fim de 3 meses.....	- 70 -

# 1. Introdução

## 1.1. A cortiça

A cortiça é extraída da casca do sobreiro, *Quercus Suber L.*, árvore que pode ser encontrada em vários países do mediterrâneo; Portugal, Espanha, França, Itália, Marrocos, Argélia e Tunísia [1]. O clima quente e húmido que se faz sentir na bacia mediterrânica, em especial nas regiões meridionais da Península Ibérica é o favorável para o crescimento desta árvore [2].

O sobreiro é a segunda espécie florestal dominante em Portugal (a mais dominante é o eucalipto), ocupando 735 mil hectares, o que corresponde a 23% da área florestal de Portugal, sendo que 84% da área de montado se sobre se encontra no Alentejo [3].

Estima-se que, no mundo, os montados de sobreiro ocupam uma área superior a 2,14 milhões de hectares, sendo que 34% desta encontra-se em Portugal, que é o país que possui a maior área de montado de sobreiro no mundo, tal como é possível observar na figura 1.1 [3].

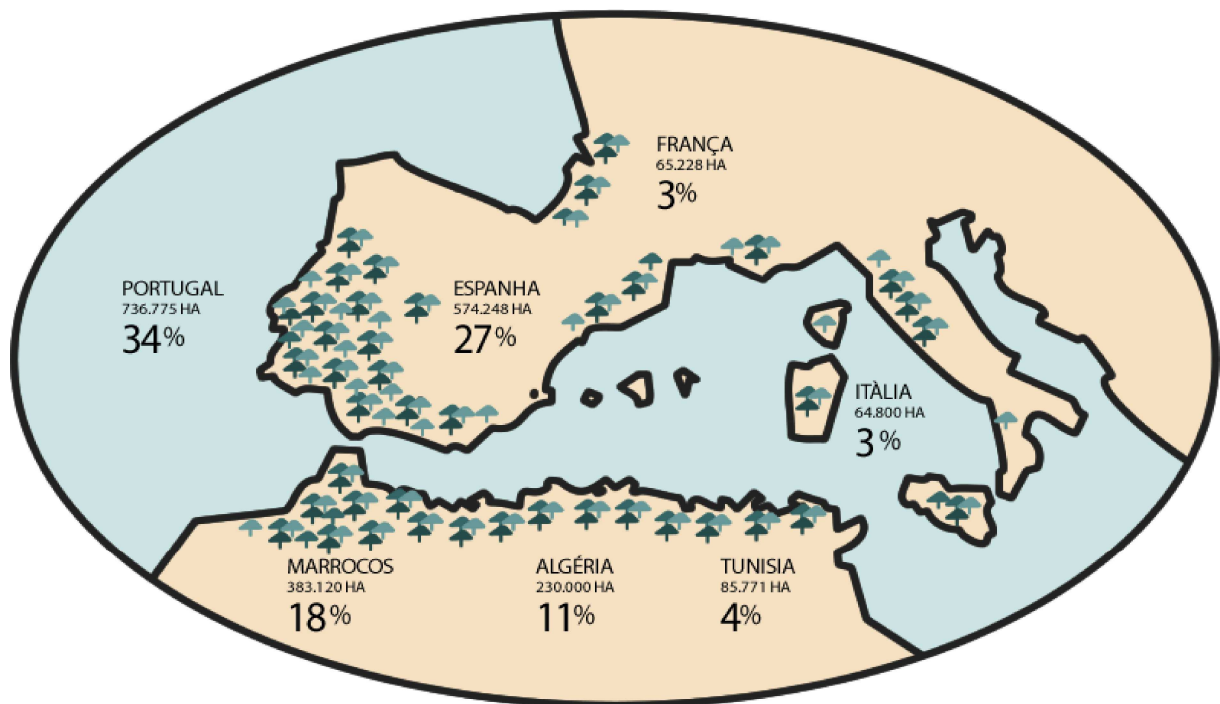


Figura 1.1: Mapa de localização de montado de sobreiro e respetivas áreas, em hectares [2].

Graças a alguns programas de reflorestação, a área de montado tem vindo a crescer 3% nos últimos 10 anos. Nos últimos 10 a 15 anos foram plantados em Portugal e Espanha mais de 130 mil hectares de sobreiro, com uma densidade de 120 a 150 sobreiros por hectare [2].

A produção mundial de cortiça chegou às 201 mil toneladas. Portugal destaca-se entre os restantes produtores ao ter produzido 100 mil toneladas de cortiça, o que corresponde a

49,6% da produção mundial [3]. Na figura 1.2 é possível observar a produção anual de cortiça em cada país.

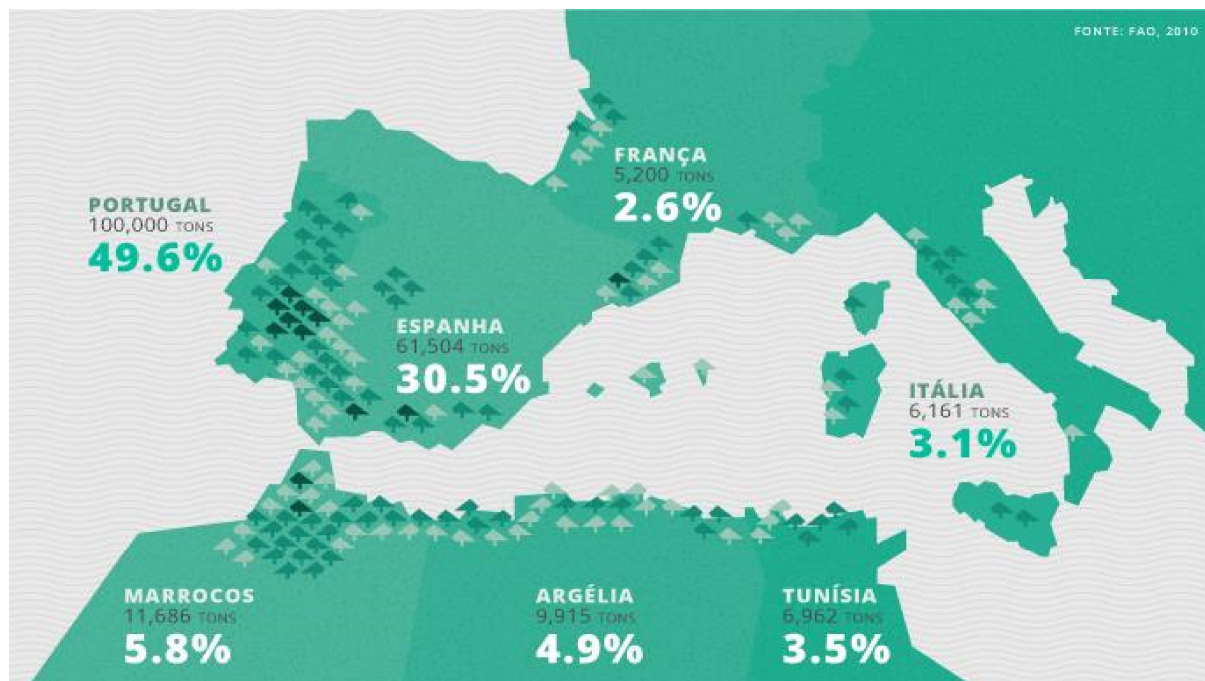


Figura 1.2: Produção anual de cortiça por país [4].

#### 1.1.1. Tipos de cortiça

Terá de se esperar 25 anos até que se possa descortiçar pela primeira vez um sobreiro, sendo que a partir daí o descortiçamento passa a ocorrer de 9 em 9 anos. Contudo, só a partir do terceiro descortiçamento é que a cortiça apresenta a qualidade exigida para o fabrico de rolhas. A cortiça extraída nos dois primeiros descortiçamentos (virgem e segundeira) é usada como matéria-prima para o fabrico de isolamentos e outros produtos, pois a cortiça apresenta uma textura muito irregular. A cortiça obtida a partir do terceiro descortiçamento (amadia) apresenta uma estrutura homogênea e propriedades físico-mecânicas ideais para o fabrico de rolhas de cortiça. Um sobreiro pode viver até aos 200 anos, existindo casos raros de sobreiros que ultrapassaram essa meta. Ao longo da sua vida, um sobreiro pode ser descortiçado cerca de 17 vezes, sendo extraídos, em média, 40 kg a 60 kg de cortiça em cada descortiçamento [1].

#### 1.1.2. Estrutura celular

Robert Hooke foi o primeiro a estudar a cortiça no microscópio, tendo revelado a sua estrutura celular [5, 6], estrutura essa que é possível observar na figura 1.3.



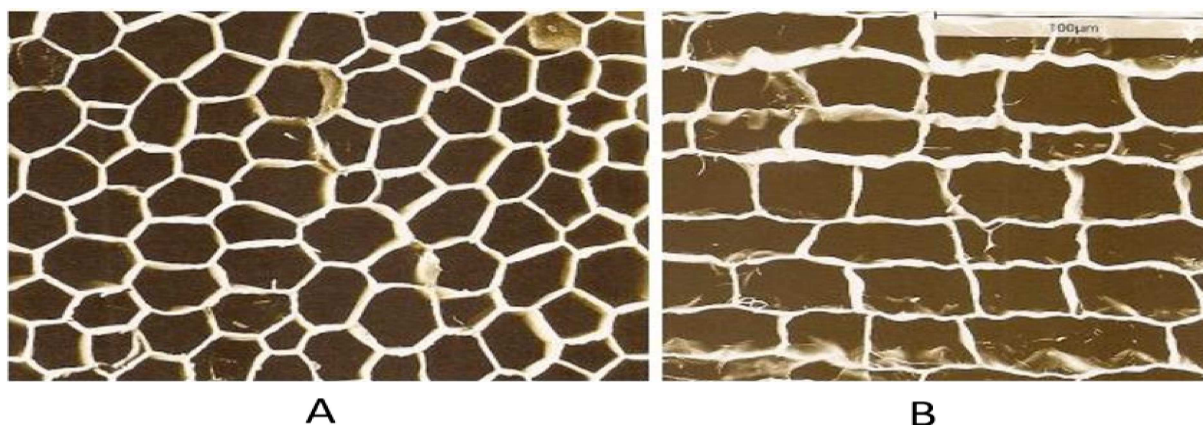


Figura 1.3: Estrutura celular da cortiça. A: Corte tangencial; B: Corte transversal [7].

A cortiça é constituída por células com a forma de prisma que se encontram empacotadas em colunas paralelas em relação à direção radial da árvore. A cortiça tem também canais lenticulares que crescem da direção radial. Estes canais são aproximadamente cilíndricos e a sua fração de volume varia com o tipo de cortiça, o que está diretamente relacionado com a sua qualidade [8, 9].

Na figura 1.4 está esquematizada a formação das camadas de cortiça. Nesta figura é possível observar que após a extração da cortiça do sobreiro, o floema fica exposto ao ar ambiente. Taninos e substâncias de reserva irão migrar para o interior do floema, levando à formação da felogene. Irão ser aqui formadas novas camadas de células que irão “empurrar” a parte exterior do floema, a “raspa”, que vai ser o revestimento da nova camada de cortiça que irá ser formada. Devido ao crescimento do número de camadas de células, a raspa vai secar, contrair e endurecer, abrindo algumas fendas. A “barriga”, camada que vai crescendo aos longo dos anos, possui menor elasticidade do que as restantes camadas e apresenta orifícios dos canais lenticulares [10].

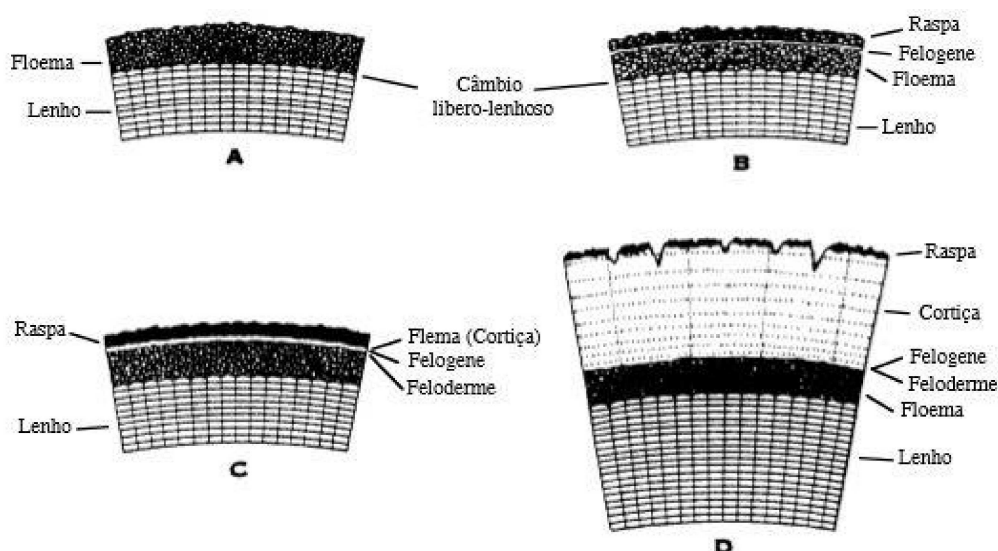


Figura 1.4: Representação esquemática da formação da cortiça: A - Entrecasco após o descortiçamento; B - 30 dias depois; C - No fim do Outono; D - 9 anos depois [7]

### 1.1.3. Composição química

O químico italiano Brugnatelli, no século XVIII, foi o primeiro a estudar a composição química da cortiça, submetendo a cortiça a um tratamento com ácido nítrico, obtendo assim um produto a que deu o nome de ácido subérico [11]. Anos mais tarde, Chevreul estudou também a cortiça e submeteu-a a diferentes tratamentos, acabando por obter um composto insolúvel em água designado de suberina [12, 13], tendo afirmado que este era o principal constituinte da cortiça e o responsável por conferir algumas das propriedades da cortiça [14].

Pereira, em 1988, [15] verificou que a suberina, a lenhina e polissacarídeos (hemicelulose e celulose) e componentes extraíveis eram os componentes da cortiça. Mais tarde, Gil confirmou o estudo de Pereira e revelou as proporções dos componentes na cortiça [10]. Na tabela 1.1 estão presentes os componentes da cortiça, a percentagem na sua constituição e respetivas características [5, 7, 10].

Tabela 1.1: Composição química da cortiça e características de cada componente [5, 7, 10].

Componente	Proporção (%)	Características
Suberina	45	Responsável pela elasticidade e compressividade
Lenhina	27	Suporte dos componentes estruturais e confere rigidez
Polissacarídeos	12	Ligados à estrutura da cortiça
Ceroides	6	Hidrófobos, contribuindo assim para a impermeabilidade da cortiça
Taninos	6	Cor, proteção contra organismos biológicos e conservação.
Cinzas	4	Inerte.

As paredes celulares da cortiça, em termos de constituição química, podem ser divididas em dois tipos; componentes não estruturais e componentes estruturais [7]. Os componentes não estruturais são classificados como extraíveis e não orgânicos. Os componentes extraíveis dividem-se nos ceroides e nos compostos fenólicos e apresentam baixa massa molecular. Como estes componentes são solúveis, é possível extraí-los da cortiça usando solventes com polaridade adequada sem alterar as propriedades mecânicas da cortiça de forma significativa [11]. Os componentes estruturais são macromoléculas de natureza polimérica que conferem às células a sua estrutura e grande parte das suas propriedades físicas e químicas. A suberina, a lenhina e os polissacarídeos são componentes estruturais [5].

#### 1.1.4. Propriedades da cortiça

A combinação entre as características físicas e químicas da cortiça fazem com que a rolha de cortiça seja um vedante ideal para vinhos e outros produtos, tornando a rolha o produto mais importante no setor corticeiro. Seguidamente estão presentes as propriedades da cortiça, produto único e que até hoje nenhum processo tecnológico ou industrial conseguiu igualar:

Densidade: 89,7% do volume de uma rolha de cortiça é ar, conferindo assim a esta matéria-prima uma densidade média de  $0,16 \text{ g/cm}^3$  [16], podendo variar de acordo com diversos fatores, como o tipo de cortiça, cozedura a que a cortiça é submetida, dimensões das células e dos canais lenticulares [5].

A geometria das células varia conforme o tipo de cortiça, sendo que a cortiça virgem tem uma densidade 15 a 20% superior à cortiça amadia. Tal se deve às paredes onduladas das células da cortiça virgem causadas pelas fortes tensões de crescimento que são causadas nos primeiros anos de vida do sobreiro [5].

Durante o processo de cozedura a cortiça expande, aumentando assim as suas dimensões. Assim, a densidade da cortiça após a cozedura é inferior à densidade antes de ser cozida e com a mesma humidade [5].

A cortiça pode apresentar um número variável de canais lenticulares, fazendo com que a porosidade da cortiça seja maior quanto maior for esse número de canais. Uma prancha de cortiça com uma maior porosidade que outra poderá não ter uma menor densidade, pois normalmente nos canais lenticulares apresentam-se com um material pulverulento e estes canais apresentam à sua volta células com paredes celulares muito espessas e de maior densidade que a cortiça, podendo levar ao aumento da densidade da cortiça [17].

Flexibilidade, elasticidade e compressividade: Graças à mistura gasosa presente em cada célula de cortiça, esta pode-se comprimir até mais de metade da largura, regressando à sua forma original depois de descomprimida, conseguindo assim moldar-se conforme o gargalo da garrafa. A cortiça consegue também adaptar-se a variações de temperatura e de pressão [18].

A compressividade da cortiça está dependente de fatores como a temperatura e a velocidade de compressão. Quando sujeita a compressão, a cortiça passa por três fases; deformação elástica, colapso das células, esmagamento das células (ou densificação) [5].

A deformação elástica resulta na flexão das paredes e arestas das células, sendo praticamente reversível e uniforme. Quando se atinge a tensão de colapso as células



colapsam, pois as paredes ficam onduladas e curvadas. Este colapso é irreversível, contudo poderá haver alguma recuperação na descarga devido às propriedades viscoelásticas da cortiça, mas as células não voltam à sua forma inicial. Ao aumentar a tensão, as células serão esmagadas, aumentando assim os contactos entre as paredes, aumentando a compactação das células e a rigidez da cortiça, mas, no entanto, raramente ocorre fratura [5].

Impermeabilidade: A cortiça é totalmente impermeável a líquidos, e parcialmente impermeável a gases graças à suberina e aos ceroides presente nas paredes celulares de cada célula, o que permite o bom estágio dos vinhos [16]. Tal acontece porque estes componentes são hidrófobos [7].

Apesar desta característica, a cortiça, durante o tratamento industrial, está sujeita a processos em que as células absorvem água, como é o caso da cozedura, levando a alterações de massa e volume. Segundo Rosa e Fontes, o processo de absorção da água por parte das células de cortiça dá-se em duas fases; inicialmente as dimensões das paredes alteram-se até que estas fiquem saturadas e depois, na segunda fase, a água penetra no interior da célula através de mecanismos de evaporação-condensação [19].

Imputrescibilidade: Graças à sua constituição química e estrutural específica, a rolha de cortiça apresenta elevada resistência à ação da humidade e à oxidação que esta promove [16].

Porosidade: Tal como já foi referido, a porosidade está dependente do número de canais lenticulares. Este é um fator determinante para a determinação da qualidade da cortiça, sendo de maior qualidade quanto menor for a porosidade. Usualmente a cortiça usada no fabrico de rolhas possuem uma porosidade inferior a 10% [5].

-Amiga do ambiente: A cortiça é reciclável, reutilizável e renovável, podendo as rolhas de cortiça, após a sua utilização, serem trituradas para o grânulo resultante possa ser usada no fabrico de diversos produtos, como solas de sapatos, painéis e malas. A cortiça reciclada não é usada no fabrico de novas rolhas de cortiça.

Um estudo elaborado pela Pricewaterhouse Coopers / Ecobilan revelou que a produção de 1000 rolhas de cortiça leva à emissão de 1,437 g de CO<sub>2</sub>, valor muito abaixo dos 14,716 g de CO<sub>2</sub> emitidos no fabrico de 1000 vedantes de plástico e dos 37,161 g de CO<sub>2</sub> emitidos no

fabrico de 1000 vedantes de alumínio. Estes resultados consideram que cada rolha de cortiça com as dimensões 45x24 mm retêm 6,4 g de CO<sub>2</sub> provenientes do processo de fotossíntese do sobreiro [16].

#### 1.1.5. Processo de preparação da cortiça

Antes da cortiça ser usada para a produção de, por exemplo, rolhas, a cortiça terá primeiro de passar por um processo de preparação. As etapas do processo de preparação da cortiça são as que se seguem:

Descortiçamento: A cortiça é removida do sobreiro em porções com formas retangulares durante a temporada de descortiçamento, que decorre entre meados de maio ou princípios de junho, podendo prolongar-se até meados ou fim de agosto. [20]



Figura 1.5: Descortiçamento [21]

Terá de se esperar 25 anos até que se possa descorticar pela primeira vez um sobreiro, sendo que a partir daí o descortiçamento passa a ocorrer de 9 em 9 anos. A cortiça extraída nos dois primeiros descortiçamentos (virgem e segundeira) é usada como matéria-prima para o fabrico de isolamentos e outros produtos, pois a cortiça apresenta uma textura muito irregular [1], com anéis de crescimento não concêntricos, canais lenticulares desalinhados segundo a direção radial, e a sua superfície externa encontra-se bastante fendilhada conferindo-lhe assim um aspeto rugoso [7], não tendo assim as características ideais para o fabrico de rolhas. A partir do terceiro descortiçamento é que a cortiça apresenta a qualidade exigida para o fabrico de rolhas. Um sobreiro pode viver até aos 200 anos, existindo casos raros de sobreiros que ultrapassaram essa meta. Ao longo da sua vida, um sobreiro pode ser descortidado cerca de 17 vezes, sendo extraídos, em média, 40 kg a 60 kg de cortiça em cada descortiçamento [1].

Estabilização: Depois do descortiçamento as pranchas passam por um período de estabilização durante 6 meses ou mais. Durante este período de estabilização, as pranchas são colocadas ao ar livre, ficando sujeitas às diferentes condições atmosféricas. Durante esta etapa os compostos fenólicos presentes na cortiça oxidam e a textura da cortiça estabiliza [22]. As condições de armazenamento influenciam o aparecimento de 2, 4, 6 - triclóroanisol (TCA), por isso é necessário controlar a humidade e a temperatura para que não sejam as

ideais para a sua formação. De modo a prevenir a acumulação de água sobre as placas, estas deverão ser empilhadas em “chapéu”, num local arejado, pois o vento impede também a acumulação de água.

As placas de cortiça deverão estar sobre paletes de metal e não em paletes de madeira, já que a madeira pode conter TCA que poderá ser transferido para a cortiça.

Cozedura: As pranchas são submetidas a um processo de cozedura. Este processo tem como objetivo limpar a cortiça e torna-la mais fácil de manusear. Com este processo pretende-se manter a humidade da cortiça entre os 12% e os 16% e promover a libertação de substância hidrossolúveis, como o TCA. Este processo permite a expansão do gás presente no interior das células de cortiça, fazendo com que esta fique com uma estrutura mais uniforme. A água quente aumenta o volume da cortiça, fazendo com que esta também fique mais lisa e macia [22]. O tempo em que a cortiça é cozida varia conforme as estações do ano, sendo este tempo mais curto no inverno.

Sistema ROSA: Na Amorim & Irmãos, os lotes de cortiça em que se verifica que existe o risco de conter TCA são submetidas ao sistema ROSA (Rate of Optimal Steam Application), que foi um sistema que desenvolvido pelo departamento de Investigação & Desenvolvimento, que se baseia na destilação por arrastamento de vapor no qual os compostos voláteis, como o TCA, são removidos da cortiça.

Estabilização pós cozedura: Depois do processo de cozedura, as pranchas de cortiça são transportadas para um armazém onde a humidade e a temperatura são controladas. As pranchas ficam a estabilizar durante 3 semanas e depois as suas arestas são aparadas para que estas adquiram uma forma retangular e são depois separadas conforme a sua espessura e qualidade, estando assim finalmente prontas para serem usadas no fabrico de rolhas de cortiça ou de outros produtos [22].

#### 1.1.6. Produção de rolhas naturais

As rolhas naturais são produzidas diretamente a partir das pranchas de cortiça segundo as etapas que se seguem:

Rabaneação: Neste passo as pranchas de cortiça são cortadas em várias secções transversais. Quanto maior a espessura e largura de cada secção transversal, maior será a dimensão da rolha produzida [23].

Neste passo a cortiça terá de ter uma humidade entre 8 a 16% de modo a facilitar o processo de brocagem e as secções transversais deverão ser cortadas com uma largura superior ao valor nominal do comprimento da rolha de modo a permitir retificações dimensionais desta [23].

Brocagem: As tiras de cortiça provenientes do passo anterior são cortadas com uma broca, perpendicularmente ao comprimento da tira, de modo a se obter a rolha [23].

Escolha prévia: Esta etapa é realizada de modo a aumentar a produtividade e a evitar que as rolhas com defeitos passem para as etapas seguintes. As rolhas com defeitos irão depois ser colmatadas ou trituradas, dependendo do nível e da quantidade de defeitos [23].

O processo de escolha pode ser realizado de modo manual, de modo automático ou através da combinação dos dois métodos.

Secagem: De modo a assegurar a humidade adequada das rolhas ( $6\pm 2\%$ ) para manter a estabilidade dimensional das rolhas, estas são submetidas a um tratamento térmico para reduzir a sua humidade [23].

Retificação dimensional: As rolhas são submetidas a operações mecânicas para polir os topos e o corpo, garantindo assim as especificações dimensionais requeridas para a rolha [23].

Escolha de rolhas: Nesta etapa as rolhas são separadas de acordo com as suas classes visuais. Esta etapa decorre de forma semelhante à escolha prévia, podendo ser realizado de modo manual, de modo automático com através da combinação dos dois métodos [23].

Lavação: Todas as rolhas terão de passar por um processo por um conjunto de processos destinadas à sua limpeza, despoeiramento e desinfeção das rolhas. Na Amorim a lavação é feita com peróxido de hidrogénio, pois este produto tem elevada eficiência da desinfeção e

limpeza das rolhas e é um produto barato. Este tratamento não deve deixar resíduos de peróxido de hidrogénio superiores a 0,2 mg/rolha [23].

Secagem: Logo após a lavação, as rolhas são submetidas a um novo processo de secagem de modo a reduzir o teor de humidade das rolhas por tratamento térmico. O objetivo desta secagem tem como objetivo a estabilidade microbiana e assegurar um bom comportamento mecânico da rolha [23].

Revestimento: Etapa aplicada nas rolhas revestidas, é aplicada sobre a superfície das rolhas uma camada pigmentada para que estas apresentem uma uniformização da sua cor e melhorem a sua qualidade de vedação [23].

Marcação: Nesta etapa é impressa na superfície das rolhas um texto e/ou logótipo do cliente, bem como a contramarca e código do fornecedor. Deste modo, cada cliente pode ter a sua rolha personalizada e assegura-se a rastreabilidade da rolha, do fornecedor até ao cliente.

A marcação no corpo pode ser feita a tinta e a fogo, mas a marcação dos topos terá de ser feita exclusivamente a fogo [23].

Tratamento de superfície: De modo a lubrificar a superfície da rolha para que esta seja introduzida e extraída com facilidade do gargalo e melhorar a vedação, é aplicada sobre a superfície da rolha, usualmente, parafina e/ou silicone [23].

Contagem, embalagem e envio: Depois das rolhas estarem finalmente prontas, estas passam por um processo de contagem automática, sendo depois embaladas e enviadas para o cliente final [23].

## 1.2. Tratamento de superfície de rolhas de cortiça

O tratamento de superfície de rolhas de cortiça é uma das etapas mais importantes no processo de fabrico de rolhas de cortiça. O coeficiente de atrito entre uma rolha de cortiça sem tratamento de superfície e o vidro é elevada (0,6 a 0,7), o que dificulta os processos de

engarraçamento e extração numa garrafa de vidro [5]. É importante, por isso, tratar as rolhas de cortiça de forma a diminuir este coeficiente de atrito.

Os tratamentos de superfície afetam apenas as propriedades na superfície das rolhas; coeficiente de atrito, absorção de líquido e molhabilidade. As propriedades mecânicas das rolhas quase que não são afetadas, pois durante o processo de tratamento de superfície apenas as células abertas na superfície ficam cheias de produto, podendo a sua espessura chegar aos 50 µm, o equivalente a duas ou três camadas de células [5].

O tipo de tratamento a aplicar e a dosagem de produto não é sempre a mesma, variando com vários fatores, como o tipo de rolha, tipo de garrafa em que as rolhas serão engarrafadas, o tipo de máquina de engarraçamento e temperatura [24]. O tempo de estágio varia de vinho para vinho e, conseqüentemente, vai fazer com que o tratamento de superfície da rolha para cada vinho seja diferente para que permeabilidade ao oxigénio seja a adequada, bem como a transferência de taninos da rolha para o vinho [25]. O tipo de produto a armazenar é outro fator na escolha do tipo de tratamento a usar; por exemplo, e de modo a impedir que as bebidas espirituosas armazenadas em garrafas que usem rolhas de cortiça mudem de cor, é necessário que estas rolhas sejam submetidas a um tratamento de superfície evite que o material corado presente nas rolhas passe para o produto [26].

No tratamento de superfície de rolhas de cortiça são usados, usualmente, produtos à base de parafina e/ou silicone.

#### 1.2.1. Parafina

A parafina é um produto resultante da destilação do petróleo e cuja fórmula geral é  $C_nH_{2n+2}$ , com n a variar entre 16 e 30 [27].

Este produto é recomendado no tratamento de rolhas de cortiça destinadas a vedar vinhos que necessitam de envelhecer em garrafa para que possam atingir as características ideais. A parafina melhora a impermeabilidade da rolha e a sua capilaridade, impedindo assim a passagem de vinho através da rolha pela sua superfície. O seu baixo ponto de fusão, entre 52°C e 74°C, impede que as rolhas tratadas com este produto sejam engarrafadas por termolização [28], pois as rolhas poderão ficar coladas ao gargalo. A termolização é um processo este em que o engarraçamento ocorre com o vinho a uma temperatura entre 45°C e 55°C [29]. A parafina pode servir como substrato a alguns microrganismos, o que poderá conferir ao vinho um sabor desagradável [30].

Este produto encontra-se no estado sólido à temperatura ambiente [27]. A sua aplicação pode ser feita num tambor rotativo onde se coloca blocos de parafina em contacto com as rolhas.

A rotação irá promover o choque entre a parafina e as rolhas, fazendo assim com que a superfície das rolhas fique coberta por uma camada de parafina. Como os blocos de parafina não entram em contacto com todas as rolhas nem com toda a superfície de uma rolha, não se pode garantir que a sua aplicação seja homogénea em todas as rolhas [28].

A parafina pode também ser aplicada em forma de emulsão garantindo uma distribuição mais homogénea, pois o seu espalhamento é mais facilitado e a área superficial é maior. As emulsões são misturas líquidos miscíveis onde partículas de um dado líquido estão dispersas noutro [31]. Neste caso partículas de parafina estão dispersas em água. A temperatura de aplicação deverá ser entre 45°C a 55°C de forma a evaporar a água e que o silicone se espalhe pela superfície das rolhas.

### 1.2.2. Silicone

O silicone é um composto semi-orgânico cuja cadeia básica,  $(R_2SiO)_n$ , é composta por átomos de silício e oxigénio [32]. Na figura tal é possível observar a sua fórmula estrutural. Outros elementos poderão ser adicionados ao silicone para que se consiga obter diferentes propriedades [33].

O silicone é produzido através de uma reação de polimerização de compostos como

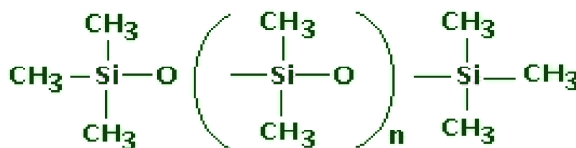


Figura 1.6: Fórmula estrutural de uma cadeia de silicone [34]

clorosilano e tetraetoxisilano. Este processo deve ser realizado em reatores fechados com controlo da pressão, pois durante o processo é libertado ácido clorídrico na forma de gás, gás este que é nocivo para a saúde. Pose-se usar acetato no lugar de cloro para que no processo seja libertado ácido acético em vez de ácido clorídrico, contudo o silicone produzido neste processo leva mais tempo a estabilizar. [33].

O silicone é um composto inerte e é usado como lubrificante no tratamento de rolhas de cortiça.

Este produto tem propriedades hidrofóbicas, mas não é impermeável a gases [33]. O seu ponto de fusão é elevado (variando com a extensão da cadeia e compostos adicionados) e não apresenta nenhum inconveniente organolético [31]. Estas características tornam o silicone uma boa alternativa à parafina no tratamento de superfície de rolhas de cortiça, não apresentando os inconvenientes descritos no ponto acima.

Dependendo do peso molecular e da polidispersidade do silicone, este pode-se apresentar na forma de óleo, de elastómero e de emulsão. Normalmente aplica-se óleos de silicone no tratamento de superfície, pois a sua distribuição pela superfície das rolhas é mais fácil e



regular, mas algumas das suas características, como a viscosidade, dependem do peso molecular do polímero. Tal como com a parafina, o tratamento com silicone é realizado num tambor rotativo onde o produto é colocado em contato com as rolhas e a quantidade de produto a aplicar depende do número de rolhas e da sua área superficial. Os óleos e elastómeros de silicões são usualmente aplicados à temperatura ambiente e as emulsões são aplicadas a temperaturas entre 45°C a 55°C de forma a evaporar a água e que o silicone se espalhe pela superfície das rolhas [29].

### 1.2.3. Seleção do tratamento de superfície

De forma a melhorar a qualidade de um tratamento de superfície de rolhas de cortiça e de forma a superar as desvantagens de um dos produtos, é possível combinar parafina e silicone de modo a dar origem a uma solução de forma a que o produto final seja de melhor qualidade. A combinação destes dois produtos para o tratamento de superfície é usada com muita frequência na indústria [29].

A escolha do tipo de tratamento a efetuar e produtos a usar tem de ter em conta vários fatores, entre os quais:

Tipo de rolha: A Amorim & Irmãos S. A. produz diferentes tipos de rolhas de cortiça, cada um com diferentes aplicações e características, e como tal, o tipo de tratamento será diferente.

Tipo de vinho: Os vinhos não são todos iguais e uns vinhos têm maior tempo de estágio do que outros, dividindo-se assim em vinhos de consumo rápido (vinhos que são consumidos pouco tempo após o engarrafamento) e vinhos de estágio (vinhos que são consumidos após um longo período em garrafa). No caso de vinhos de estágio, efetua-se um pré-tratamento com parafina sólida e depois efetua-se o tratamento adequado. Este pré-tratamento funciona como uma barreira que irá impedir a capilaridade e absorção de vinho por parte da rolha, o que é muito importante para este tipo de rolhas que irão ficar em garrafa por um longo período de tempo [29].

Condições de engarrafamento: Tal como já foi referido, o baixo ponto de fusão da parafina faz com que este produto e produtos compostos por este não sejam o ideal para o tratamento de rolhas que irão ser engarrafadas a altas temperaturas. As altas temperaturas poderão fundir a parafina presente na superfície da rolha e depois, à medida que a temperatura diminui, solidifica e rolha fica colada ao gargalo, dificultando assim a sua extração [29].



Qualquer que seja o tipo de tratamento a aplicar, é necessário que as forças de extração da rolha esteja entre 15 daN e 45 daN: uma rolha demasiado lubrificada poderá fazer com que a rolha saia com muita facilidade, podendo mesmo sair do gargalo por acidente; uma rolha pouco lubrificada poderá fazer com que a sua extração seja muito difícil (ou até mesmo impossível) [35, 36].

#### 1.2.4. Tratamento de superfície biológico

Atualmente, no tratamento de superfície de rolhas de cortiça são usados produtos sintetizados através de derivados de petróleo (parafinas e silicones), e por isso nocivos ao meio ambiente. A Amorim & Irmãos, sensível a este problema, teve então o objetivo de encontrar um ou mais produtos de origem 100% natural que possam substituir os produtos atualmente utilizados para esse efeito tendo desenvolvido o estudo de alternativas.

Vários produtos de origem 100% natural (e combinações destes) foram testados pelo departamento de Investigação & Desenvolvimento, tendo-se concluído que um produto composto por vários óleos de origem natural e várias ceras, como a cera de abelha, foi o que apresentou as melhores características para substituir os produtos sintetizados atualmente usados no tratamento de superfície de rolhas, tendo apresentado bons resultados quanto a progressão capilar, absorção, forças de extração e análise sensorial.

A cera de abelha é criada pela transformação de mel em gordura por par das abelhas [37].

A cera de abelha tem uma densidade entre 0,960 e 0,987 g/cm<sup>3</sup> e o seu ponto de fusão varia entre os 60 e os 65°C. É constituída por 70 a 72% de ésteres, 14 a 15% de ácidos céricos livres, 12% de hidrocarbonetos e 1% de álcoois. É dura e quebradiça quando fria e apresenta consistência plástica acima dos 30°C [37].

Entre as várias características da cera de abelha, destacam-se a sua as propriedades impermeabilizantes e amaciantes [37].

Este trabalho tem como objetivo a validação em aplicação industrial dos estudos realizados pelo departamento de Investigação & Desenvolvimento no âmbito da pesquisa e validação de produtos de origem biológica para tratamento de superfície de rolhas naturais.

### 1.3. O mercado da cortiça

Registos históricos mostram que no século XIV a cortiça era exportada para o Reino Unido e Flandres. Esta cortiça era usada principalmente na construção de flutuadores de equipamentos de pesca. Neste período existiam leis que restringiam o corte e exploração de

sobreiros, mas estas leis acabaram por não impedir a redução drástica de área ocupada de sobreiro no nosso país. O aparecimento em Portugal da rolha de cortiça para o enfardamento de vinho serviu para valorizar o montado de sobreiro no país [38]

A indústria transformadora de cortiça, em Portugal, surgiu inicialmente em pequenas instalações em Silves, Évora e Azambuja, tendo surgido mais tarde em Setúbal e Aveiro. É em Aveiro onde atualmente se encontra o maior número de trabalhadores do setor. Após a 1ª Guerra Mundial ocorreu um grande desenvolvimento na indústria corticeira. No ano de 1930 10.000 pessoas trabalhavam na indústria corticeira em Portugal, país que já nessa altura era líder na produção de cortiça a nível mundial [38].

No início da década de 2000 as rolhas de cortiça começaram a perder terreno para os vedantes sintéticos [39]. Júris, em concursos mundiais prestigiados, chegaram a rejeitar 7% das garrafas apresentadas em que a rolha funcionava como vedante, margem de erro muito grande para qualquer indústria. Jancis Robinson, crítica de vinhos, chegou mesmo a anunciar o fim das rolhas de cortiça. Esta crise na indústria deveu-se à associação do TCA às rolhas de cortiça e ao crescimento e barateamento dos vedantes sintéticos. Em 1982 o cientista suíço H. Tanner publicou um trabalho que associava o TCA às rolhas de cortiça, mas nessa altura a indústria corticeira detinha o monopólio dos vedantes de vinho e não existiam concorrentes à altura [40].

O TCA é um composto químico que pode ser encontrado na cortiça, sendo este um dos principais responsáveis pelo desvio organolético associado ao descritor “mofo” ou “sabor a rolha”. O TCA pode ser encontrado em outros produtos da natureza, como na madeira, na fruta, na água e até mesmo no próprio vinho. Se este composto estiver na atmosfera pode ser facilmente absorvido por parte do vinho e por parte das rolhas de cortiça ao entrar em contacto com estas. O TCA pode também ser formado diretamente em algum dos produtos referidos; para a deste composto é necessário que uma substância que tenha fenol entre em contacto com cloro [17].

O TCA tem limite de perceção sensorial de 1,4 a 10,0 ng/L [41] e o limite de deteção por Stir Bar Sorptive Extraction combinada com Cromatografia Gasosa e Espectrometria de Massa (SBSE-GC/MS) é de 0,5 ng/L [42].

De modo a extrair e prevenir o TCA, foram implementados alguns processos na indústria de rolhas de cortiça, como novos sistemas de cozedura, destilação sob vapor controlado, volatilização por arrastamento em temperatura e humidade controladas, volatilização por arrastamento em fase gasosa de polaridade sob temperatura e humidade controladas, extração com dióxido de carbono no estado supercrítico [17]. Na Amorim & Irmãos existe a linha de produção ND Tech, onde 160 mil rolhas por dia são submetidas a controlo, por

cromatografia gasosa, de forma a garantir que a concentração de TCA se encontra abaixo dos 0,5 ng/L [40].

Esta luta contra o TCA não erradicou por completo este composto nas rolhas de cortiça que circulam no mercado, mas a confiança por parte dos produtores de vinho e por parte dos consumidores voltou a aumentar e os vedantes sintéticos estão a perder terreno [41]. Das 18 mil milhões de garrafas que todos os anos são colocadas no mercado pelo mundo fora, 66% têm rolha de cortiça [43].

Um estudo publicado pela Texas TechUniversity, nos EUA, em 2009, mostrou que 71% dos consumidores prefere a rolha de cortiça a outros vedantes e que 82% dos consumidores oferece garrafas de vinho vedadas com rolhas de cortiça. Em França foi desenvolvido pelo Instituto Ipsos, em 2010, um estudo em que 89% dos consumidores prefere a rolha de cortiça natural em relação a outros vedantes, 83,3% referiram que a rolha de cortiça é o símbolo de qualidade do vinho e 89,8% acreditam que a rolha de cortiça preserva todos os aromas do vinho [17].

A rolha de cortiça é também o vedante preferido das caves de vinho. A revista Wine Business Montly publicou em 2009 o “Closure Report” realizado junto a caves de vinho americanas, onde se concluiu que a rolha de cortiça obteve as melhores classificações nas categorias de aceitação por parte do consumidor e nas categorias de performance na linha de engarrafamento e performance de produto, e numa escala de 0 a 5 em termos de “perceção geral”, a rolha de cortiça foi o vedante mais pontuado, com 4.0 [17].

Depois da década de 2000, onde o número de empresas na indústria da cortiça em atividade em Portugal baixou substancialmente, o número de empresas exististes nesta área tem vindo a aumentar. Entre 2011 e 2014 o número de empresas na indústria da cortiça aumentou na ordem dos 12%, estando cerca de 670 empresas em atividade no ano de 2014. Nesse mesmo ano trabalhavam nesta indústria 9 mil trabalhadores e eram produzidas 40 milhões de rolhas por dia, sendo que 35 milhões eram produzidas no norte do país [3].

No que toca às exportações de cortiça, a nível mundial, no ano de 2015, atingiu-se o valor de 1.430,8 milhões de euros, mais 4,3% do que no ano anterior. Portugal assume a liderança global ao ter uma cota de 62,7% do total de exportações, seguindo-se a Espanha com uma cota de 16% [3].

Quanto às importações, Portugal encontra-se na quarta posição, com uma cota de 9,5% do total dos 1.501,1 milhões de euros. Na primeira posição encontra-se os EUA com uma cota de 17,6% [3].

Na indústria da cortiça, no ano de 2015, 71,7% desta foi usada no fabrico de rolhas de cortiça, sendo que 43,9% da cortiça foi usada para o fabrico de rolhas naturais. 21,1% da cortiça foi usada na construção para o fabrico de pavimentos, isolamentos e revestimentos. 0,4% foi utilizada no fabrico de placas, folhas, cubos e tiras, enquanto os restantes 6,9% foram usados noutros produtos, como produtos de decoração [3]

#### 1.4. A empresa Amorim & Irmãos, S. A.

A Amorim & Irmãos, formalmente fundada em 1922, é a maior produtora e fornecedora de rolhas de cortiça a nível mundial, tendo 35% da quota do mercado global e regista uma produção anual de mais de quatro mil milhões de unidades, e encontra-se sedeadada Santa Maria de Lamas, no concelho da Santa Maria da Feira. Esta empresa pertence à Corticeira Amorim, S.G.P.S., S.A., que entrou no negócio da cortiça em 1870. O Grupo Amorim destaca-se no mercado como sendo a maior empresa mundial de produtos de cortiça, produzindo isolamentos, revestimentos, aglomerados compósitos e, claro, rolhas. No esquema da figura 1 é possível observar a estrutura da Corticeira Amorim, S.G.P.S., S.A., que é dividida em diferentes áreas: matérias-primas, rolhas, aglomerados compósitos, revestimentos, isolamentos e Investigação e desenvolvimento [44].

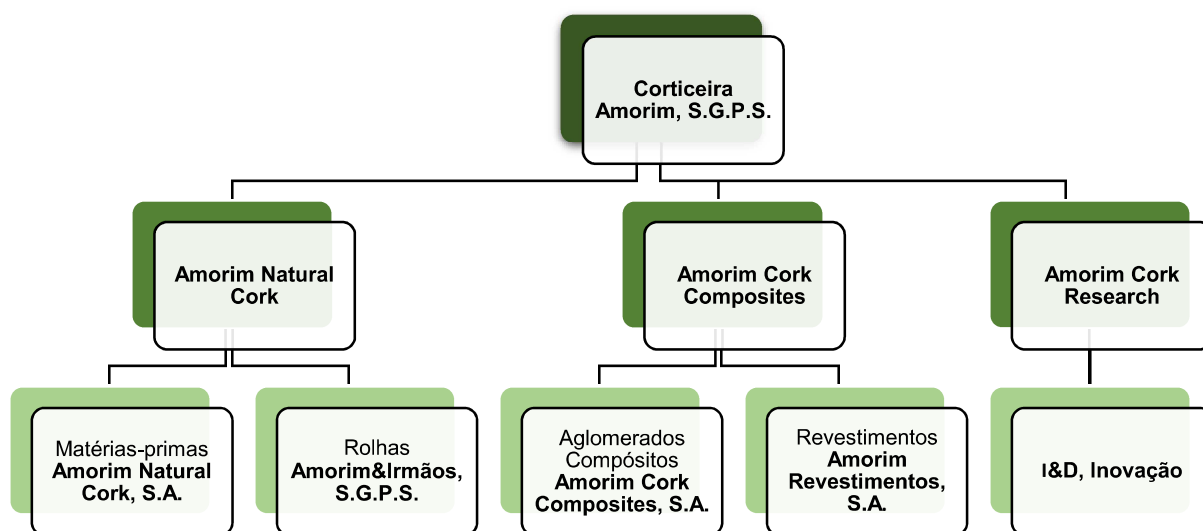


Figura 1.7: Esquema da estrutura da Corticeira Amorim, S. G. P. S. [44]

Oito unidades industriais compõem a Amorim & Irmãos, sendo cada uma delas especializada em diferentes atividades. Na tabela 1.2 encontram-se presentes as diferentes unidades industriais e respetivas atividades.

Tabela 1.2: Unidades industriais da Amorim & Irmãos e respetivas atividades [44].

Unidade industrial	Atividades
<b><i>Amorim &amp; Irmãos - Lamas</i></b>	Produção de rolhas naturais, colmatadas e Acquamark®
<b><i>Champcork</i></b>	Produção, marcação e tratamento de rolhas de champanhe
<b><i>Top Series</i></b>	Produção de rolhas capsuladas e especialidades
<b><i>Vasconcelos &amp; Linkle</i></b>	Tratamento e escolha de rolhas naturais e colmatadas
<b><i>PTK</i></b>	Escolha, lavagem e tratamento de rolhas naturais
<b><i>De Sousa</i></b>	Produção de rolhas aglomeradas Neutrocork® e Helix®
<b><i>Equipar</i></b>	Produção, marcação e tratamento de rolhas aglomeradas, Advantec® e Twin Top®
<b><i>Amorim Distribuição</i></b>	Marcação e tratamento de rolhas naturais, aglomeradas, colmatadas, Twin Top, Neutrocork, Advantec e Acquamark,

A Amorim & Irmãos produz rolhas de diferentes tipos. Para além de produzir rolhas para vinhos, produz rolhas para bebidas espirituosas, como o caso do whisky, e rolhas para bebidas gaseificadas, como a cerveja e o espumante. De seguida serão apresentadas as diferentes rolhas produzidas na Amorim & Irmãos:

Rolha Natural: A mais conceituada e ideal para vedar vinhos *Icon* e *Premium* que necessitem de estagiar em garrafa. Produzida diretamente a partir das pranchas de cortiça natural [44].

Rolha Aglomerada: Constituída por um corpo aglomerado de cortiça, esta rolha é ideal para vinhos de consumo rápido e apresenta boa relação preço/performance [44].

Acquamark®: Rolha natural submetida a um processo em que se fixa, por ação de uma solução de sabe aquosa, extratos de cortiça nas paredes da rolha de modo a preencher as lenticelas existentes. Garante uma melhor performance técnica em alguns aspetos, como a conservação do vinho e vedação [44].

Rolha Spark®: Rolha produzida a pensar na vedação de champanhes e espumantes. Apresenta elevadas performances físicas, químicas e enológicas. É constituída por com corpo

de cortiça aglomerada e um ou dois discos de cortiça natural num dos topos. Estas rolhas apresentam um diâmetro maior do que uma rolha para um gargalo com dimensões semelhantes, mas com outro produto no seu interior, pois as pressões no interior de uma garrafa de champanhe são elevadas e é por isso necessário uma rolha que suporte essa pressão [44].

Rolha Twin Top®: Ideal para vinhos frutados e aconselhada para vinhos não destinados a um longo período de estágio em garrafa, esta rolha técnica é baseada na tecnologia de produção de rolhas de champanhe e mantém todas as propriedades benéficas da rolha de cortiça natural em termos de sustentabilidade. Esta rolha é composta por um corpo constituído por granulados de cortiça e um disco de cortiça natural em cada topo [44].

Rolha Neutrocork®: Produto da nova geração de rolhas técnicas, é recomendada para vinhos que apresentem alguma complexidade e que sejam de consumo rápido (até dois anos). Esta rolha distingue-se das restantes pela sua grande estabilidade estrutural adquirida pela compactação em moldes individuais de micro grânulos de cortiça de tamanho uniforme [44].

-Rolha Advantec®: Rolha técnica concebida para vinhos de grande rotação. Apresenta uma relação preço/performance técnica e sensorial imbatível. Esta é a líder mundial de produção de rolhas de cortiça [44].

A rolha Advantec Coulours® é uma rolha direcionada para o público jovem. É semelhante à rolha Advantec®, com a diferença que esta está disponível em diversas cores [44].

-Helix®: Rolha técnica que pode ser removida sem a necessidade de saca rolhas, esta rolha apresenta uma bola relação com uma garrafa de vidro com rosca no interior do gargalo [44].

Top Series®: Rolhas de cortiça capsuladas [44]. O preço final de cada capsula varia conforme as especificações fornecidas pelo cliente, podendo uma rolha custar €0,20 ou €100.

Na figura 1.8 estão presentes as rolhas acima descritas.



Figura 1.8: Rolhas produzidas pelas diferentes unidades da Amorim & Irmãos [45]

Esta empresa, acreditando nas vantagens de ter uma relação direta com os produtores, tem várias subsidiárias nos principais países produtores de vinho, como a França e a Itália, e nos novos mercados emergentes, como a Austrália e os Estados Unidos da América. [44].

### 1.5. Objetivos do trabalho

O presente trabalho, desenvolvido na Amorim & Irmãos, S. A. teve como o objetivo a validação em aplicação industrial dos estudos realizados pelo departamento de Investigação & Desenvolvimento no âmbito da pesquisa e validação de produtos de origem biológica para tratamento de superfície de rolhas naturais (Biocork).

Atualmente são usados produtos sintetizados como parafinas (derivados de petróleo) e silicones. Sensível a este problema, a Amorim & Irmãos S. A. teve então o objetivo de encontrar um ou mais produtos de origem 100% natural que possam substituir os produtos atualmente utilizados para esse efeito. O departamento de Investigação & Desenvolvimento estudou vários produtos biológicos e concluiu que um produto composto por cera de abelha e outras ceras de origem natural é o produto que apresenta as melhores características para substituir os produtos atualmente usados no tratamento de superfície de rolhas de cortiça.

O trabalho foi dividido em diferentes etapas, distribuídas ao longo de aproximadamente 7 meses:

- Conhecimento das instalações das diferentes unidades e processos de fabrico das diferentes rolhas de cortiça e suas características;
- Revisão da literatura existente relativamente à indústria corticeira e ao tratamento de superfície de rolhas de cortiça, bem como a revisão dos trabalhos efetuados anteriormente pelo departamento de Investigação & Desenvolvimento referentes ao projeto Biocork;
- Conhecimento da máquina onde se efetuaram os ensaios de tratamento de superfície com a cera de abelha e calibração desta;
- Ensaio de tratamento de superfície de rolhas de cortiça com a cera de abelha usando diferentes metodologias;
- Controlo às rolhas tratadas com ensaios laboratoriais e engarrafamento em linha;
- Análise dos resultados obtidos.

Ao longo estágio na Amorim & Irmãos S. A. colaboraram-se também noutros projetos da empresa onde se estudou outros produtos para o tratamento de superfície. Estes estudos foram realizados de forma semelhante aos estudos realizados com a cera de abelha.



## 2. Procedimento experimental

### 2.1. Calibração da máquina de tratamento de superfície de rolhas de cortiça

Os ensaios de tratamento de superfície de rolhas de cortiça foram efetuados na máquina de tratamento de superfície presente na Fábrica Piloto, nas Instalações da Amorim & Irmãos. Esta máquina tem capacidade para 5000 rolhas e apresenta dois potes de armazenamento de produto onde depois de fechados é lançado azoto para o seu interior. O azoto é um gás inerte que foi usado para aumentar a pressão no interior dos potes, fazendo assim com que o produto no seu interior fosse até à pistola de pulverização do produto. O equipamento tem um braço metálico com duas pistolas de pulverização, cada uma ligada a um diferente pote.

Nesta máquina há a possibilidade de se aplicar o(s) produto(s) de forma automática; insere-se os passos da metodologia do procedimento de tratamento de superfície e a máquina segue os passos automaticamente.

#### 2.1.1. Velocidade de rotação

A máquina fornece a velocidade de rotação em percentagem, sendo que 100% corresponde à velocidade máxima de rotação do tambor. Criou-se então uma curva de calibração de modo a saber a velocidade do tambor em rpm. Para tal realizou-se os seguintes passos:

- Colocou-se o tambor a rodar à velocidade mínima (0%) e contou-se o tempo que o tambor demorou a efetuar uma rotação, durante 1 minuto;
- Aumentou-se a velocidade em 10% e contou-se os tempos de rotação do tambor. Foi-se aumentando a velocidade e efetuando estes passos até se ter atingido a velocidade máxima (100%);
- Com os dados obtidos, construiu-se uma curva de calibração, presente no capítulo 4.

#### 2.1.2. Pulverização de produto

Durante a programação da metodologia desejada para o tratamento de superfície, pode-se colocar a quantidade de produto desejada a ser aplicada sobre as rolhas. De modo a saber a diferença entre a quantidade de produto lançada pela pistola e a quantidade de produto pretendida, criou-se uma curva de calibração. Para obter os dados necessários realizaram-se os seguintes passos:

- Colocou-se um saco de plástico num recipiente e pesou-se numa balança com sensibilidade de 0,01g, tarando-se de seguida;
- No display da máquina, introduziu-se um programa com a quantidade de produto desejada a ser lançado (15 g);
- Pulverizou-se o produto para o interior do saco e pesou-se o saco em conjunto com o recipiente;
- Repetiram-se os passos acima mais 5 vezes;
- Repetiram-se os passos acima para as quantidades de 25, 50, 75 e 100g.

## 2.2. Tratamento de superfície de rolhas de cortiça com cera de abelha

As superfícies das rolhas de cortiça foram tratadas com a cera de abelha na máquina de tratamento. Para a aplicação de produto por pulverização, usou-se um equipamento com pistola de pulverização automática, onde se fundiu o produto a uma determinada temperatura e pulverizou-se a quantidade requerida para o interior do tambor. Nos casos onde a aplicação de produto foi manual, colocou-se o produto, no estado sólido, sobre as rolhas e o choque entre as rolhas e o produto causadas pela rotação do tambor fez espalhar o produto sobre a superfície das rolhas.

Em cada ensaio usou-se diferentes massas de produto e diferentes velocidades de rotação.

Nos ensaios 1 a 5, numeraram-se previamente 50 rolhas e pesaram-se numa balança analítica para se determinar a quantidade de produto aplicada.

Em todos os ensaios as rolhas foram despoeiradas antes da aplicação de produto de modo a remover o pó que poderia estar presente no interior das lenticelas.

Em cada ensaio tratou-se 2500 rolhas com calibre 45x24 mm, classe Extra e lavação Clean 2000.

## 2.3. Determinação da quantidade de produto aplicada

Para a determinação da quantidade de produto aplicada (determinada apenas na primeira série de ensaios) efetuou-se o seguinte procedimento:

- Despoeirou-se 2500 rolhas;
- Do lote das 2500 rolhas a tratar, pegou-se em 50 e numerou-se cada uma delas com um marcador com uma cor de forma a se conseguir identificar no meio das restantes rolhas;

- Pesou-se cada uma das rolhas numa balança analítica;
- Juntou-se as 50 rolhas às restantes rolhas e realizou-se o tratamento de superfície;
- Pesou-se novamente as 50 rolhas numeradas para obter por diferença a massa de produto aplicada.

No ensaio 2, para além das 50 rolhas numeradas previamente despoeiradas, numerou-se 50 rolhas que não foram sujeitas a esta etapa para verificar as diferenças no comportamento entre as rolhas previamente despoeiradas e as rolhas que não foram sujeitas a despoeiramento.

#### 2.4. Engarrafamento

Depois do tratamento de superfície, rolhas foram engarrafadas usando a rolhadora disponível na seguinte forma:

- Ajustou-se a altura do suporte para a garrafa;
- Colocou-se a rolha na câmara;
- Carregou-se no pedal e fez-se baixar o pistão de modo a que a rolha entre no gargalo.
- Passada uma hora colocaram-se as garrafas na posição horizontal e depois do período requerido determinaram-se as forças de extração, absorção em garrafa e migração.

50 rolhas dos ensaios da primeira e segunda série, bem como 50 rolhas com o tratamento de referência foram engarrafadas, com solução alcoólica corada no seu interior, e 3 dias depois obtiveram-se os dados requeridos como descritos nos pontos 3.5, 3.6 e 3.7.

Para se verificar o comportamento das rolhas com a variação da temperatura, 30 rolhas de cada ensaio da segunda e terceira série, bem como 30 rolhas de cada referência, foram engarrafadas, com vinho no seu interior; 10 ficaram num frigorífico a 1°C, 10 numa estufa a 37°C e 10 à temperatura ambiente. 8 dias depois obtiveram-se os resultados.

Na tabela 2.1 estão presentes algumas informações sobre os ensaios realizados.

Tabela 2.1: Informações sobre os ensaios realizados.

Série	Ensaio	Data	Aplicação	Notas
1	1	20/04/2016	Automática	
	2	25/04/2016	Automática	
	3	26/04/2016	Automática	a)
	3.R1	03/06/2016	Automática	b)
	3.R2	09/06/2016	Automática	c)
	4	25/05/2016	Automática	
	5	27/05/2016	Manual	
2	4.R1	16/06/2016	Automática	d)
	4.R2	16/06/2016	Automática	d)
	5.R1	17/06/2016	Manual	e)
	5.R2	17/06/2016	Manual	e)
3	6	29/09/2016	Automática	f)
	7	29/09/2016	Automática	f)
	8	30/09/2016	Automática	f)
	9	30/09/2016	Automática	f)
	10	30/09/2016	Automática	f)

**Notas:**

**a) b) c)** Antes de ser aplicada a cera de abelha, as rolhas foram tratadas com um outro produto também este 100% natural e que cuja função é melhorar a aderência e espalhamento da cera de abelha nas paredes da rolha. A aplicação dos produtos foi realizada conforme a metodologia presente na ficha técnica dos produtos.

**a) b)** A quantidade de cera de abelha aplicada foi menor do que a indicada na metodologia presente na ficha técnica do produto devido ao entupimento do equipamento de pulverização.

**d)** Réplicas do ensaio 4.

**e)** Réplicas do ensaio 5.

**f)** Usada a metodologia do ensaio 4.

## 2.5. Forças de extração

Segundo a ISO 9727-5 o valor das forças de extração deve estar compreendido entre 15 daN e 45 daN, tal referido anteriormente. Para a determinação das forças de extração usou-se um equipamento adequado.

Para a determinação das forças de extração no equipamento efetuaram-se os seguintes passos:

- Inseriu-se o saca rolhas na rolha da garrafa;
- Colocou-se a garrafa no suporte presente no equipamento;
- Fez-se descer a cabeça de extração;
- Fez-se subir a cabeça de extração em conjunto com o saca rolhas.
- Leu-se o valor da força de extração no display da máquina.

## 2.6. Absorção em garrafa

Este ensaio consiste na determinação da quantidade de vinho absorvida por parte da rolha durante o período de engarrafamento. Não existe nenhuma especificação para este ensaio, mas considera-se que um valor de absorção é baixo quando este é igual ou inferior a 15%.

Para a determinação do valor da absorção, as folhas a engarrafar foram numeradas e previamente pesadas antes do engarrafamento. Depois da sua extração foram pesadas novamente.

A absorção em garrafa foi calculada usando a equação 3.1:

$$Absorção (\%) = \left( \frac{massa\ final * 100}{massa\ inicial} \right) - 100 \quad (eq. 3.1)$$

## 2.7. Migração

Para a determinação da migração de vinho entre o gargalo da garrafa e a rolha, usou-se uma régua para se medir da base da rolha que está em contacto com o vinho até ao ponto máximo que por capilaridade o vinho migrou. A migração deverá ser a menor possível.

## 2.8. Capilaridade

Este ensaio consiste em colocar-se um dos topos das rolhas em contacto com azul metileno ou vinho, num tabuleiro, durante 24 horas. Segundo as especificações existentes, não deverá ocorrer migração de vinho sobre a superfície das rolhas ou pelo seu interior [36].

## 2.9. Teor em pó

Este ensaio consiste na determinação de pó libertado por parte das rolhas. O teor de pó deverá ser mínimo, pois não é desejável a libertação de sólidos para o vinho. O valor máximo de pó libertado por rolha é de 0,003 g. Caso esse valor seja superior, o lote é rejeitado.

Para a determinação do teor de pó, realizou-se o seguinte procedimento:

- Colocaram-se placas de Petri na estufa, a 100°C durante 30 minutos, de modo a remover a água que poderia estar presente;
- Colocou-se uma membrana com poros com um diâmetro de 1,2 µm em cada placa de Petri e pesou-se numa balança analítica com precisão até 0,0001g;
- Colocaram-se 5 rolhas de cada ensaio em 3 matrizes de 500 ml e adicionou-se 150 ml de água;

- Colocaram-se os matrizes em agitação constante durante 30 minutos;
- Filtrou-se a vácuo a água presente em cada um dos matrizes, usando para esse efeito uma membrana previamente pesada para cada solução;
- Colocaram-se as placas de Petri com as respectivas membranas na estufa, a 100°C, durante 1 hora;
- Pesaram-se as placas de Petri e as respectivas membranas.

O teor em pó libertado por cada rolha presente em cada matraz foi calculado usando a equação 3.2:

$$\text{Teor em pó (g)} = \frac{\text{massa total final} - \text{massa total inicial}}{5} \quad (\text{eq. 3.2})$$

#### 2.10. Comportamento à vedação

O objetivo deste ensaio é avaliar o comportamento das rolhas à vedação de vinho, simulando a vedação em tubos cilíndricos aplicando diferentes pressões no interior dos tubos.

Na realização deste ensaio foram realizados os seguintes passos:

- Colocaram-se as rolhas no interior de cada tubo com o auxílio de uma rolhadora;
- Após uma hora colocou-se 2 ml de vinho de cada tubo;
- Fixaram-se as rolhas no devido suporte;
- De 10 em 10 minutos aumentou-se a pressão no interior dos tubos, em 0,5 bar, até 1,5 bar. De cada vez que se aumentava a pressão verifica-se se tinham ocorrido fugas de vinho pelo centro ou pela lateral da rolha.

#### 2.11. Análise estatística

De modo a verificar a consistência dos ensaios realizados foi feita uma análise estatística dos dados obtidos e compara-los entre si com o teste de Kruskal-Wallis usando o programa *IMB SPSS Statistics 20*.

A distribuição normal, desenvolvida pelo matemático francês Abraham de Moivre, é uma das mais importantes distribuições de probabilidade da estatística. A distribuição normal é representada por um gráfico simétrico como o gráfico apresentado na figura 3.1. Quando a distribuição dos dados é normal, a média encontra-se no centro da distribuição e esta possui o mesmo valor da mediana e da moda [46].

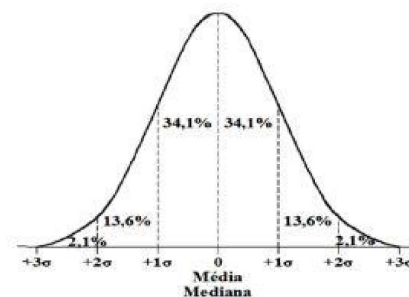


Figura 2.1: Distribuição Normal [45]

Ao combinar-se os dados da amostra com a sua variabilidade consegue-se gerar um intervalo de confiança para a média da população. Geralmente esse nível de confiança é de 0,95 e o nível de significância ( $\alpha$ ) de 0,05 [47], tendo sido este o valor do nível de significância usado no teste de Kruskal-Wallis.

O teste de Kruskal-Wallis é um teste não paramétrico usado para comparar 3 ou mais grupos que tenham no mínimo 5 sujeitos e é usado quando se pretende verificar se várias amostras têm a mesma distribuição [48]. Este teste é muito usado por investigadores para determinar se as amostras sugerem diferenças entre as populações ou se verificadas apenas variações casuais que entre amostras aleatórias da mesma população [49].

O valor *Sig*, que pode ser interpretado como a medida do grau de concordância entre os dados e a hipótese nula ( $H_0$ ) [46]. Depois de se observar esse valor pode-se tirar uma de duas conclusões possíveis [48]:

- Se o valor de *Sig* for superior a  $\alpha$  aceita-se  $H_0$ , logo os grupos têm a mesma distribuição de valores e pode-se dizer, por isso, que são semelhantes;
- Se o valor de *Sig* for inferior a  $\alpha$ , rejeita-se  $H_0$ , logo os têm a mesma distribuição de valores e pode-se dizer, por isso, que são diferentes.

### 3. Resultados e discussão

#### 3.1. Calibração da máquina de rotação

##### 3.1.1. Velocidade de rotação

Na figura 3.1 está representada a curva de calibração da velocidade de rotação do tambor.

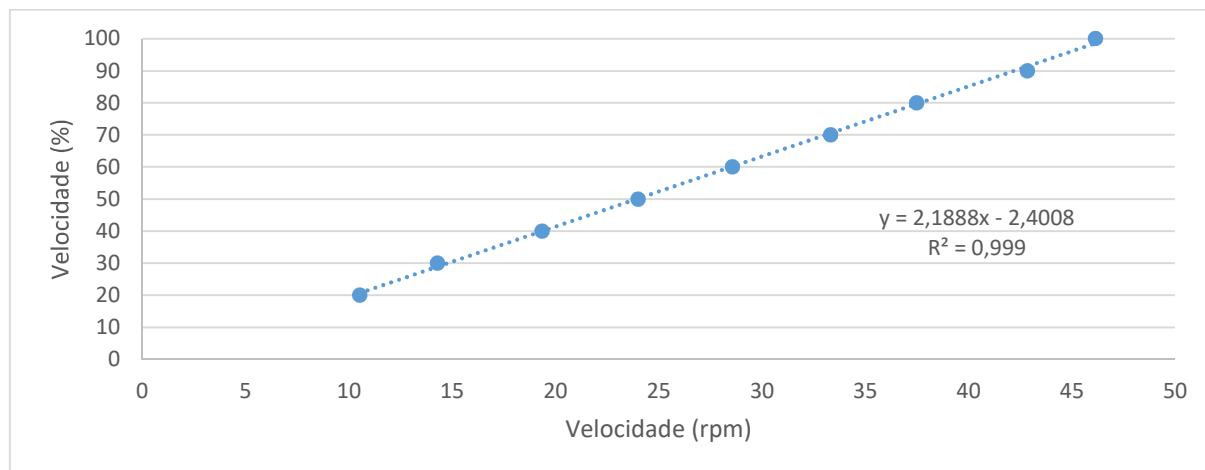


Figura 3.1: Curva de calibração da velocidade de rotação do tambor.

Durante a calibração, constatou-se que quando o tambor está ativo, este rodava mesmo que se coloque a velocidade a 0%. Constatou-se também que entre os 0% e os 20% a velocidade de rotação é constante (10,5 rpm), e por isso para a construção da curva de calibração desprezou-se os resultados obtidos nas velocidades de 0% e 10%.

O coeficiente de correlação (0,999) mostra que a velocidade varia de forma linear.

##### 3.1.2. Calibração da quantidade de produto pulverizada pela máquina

Na figura 3.2 está representada a curva de calibração.

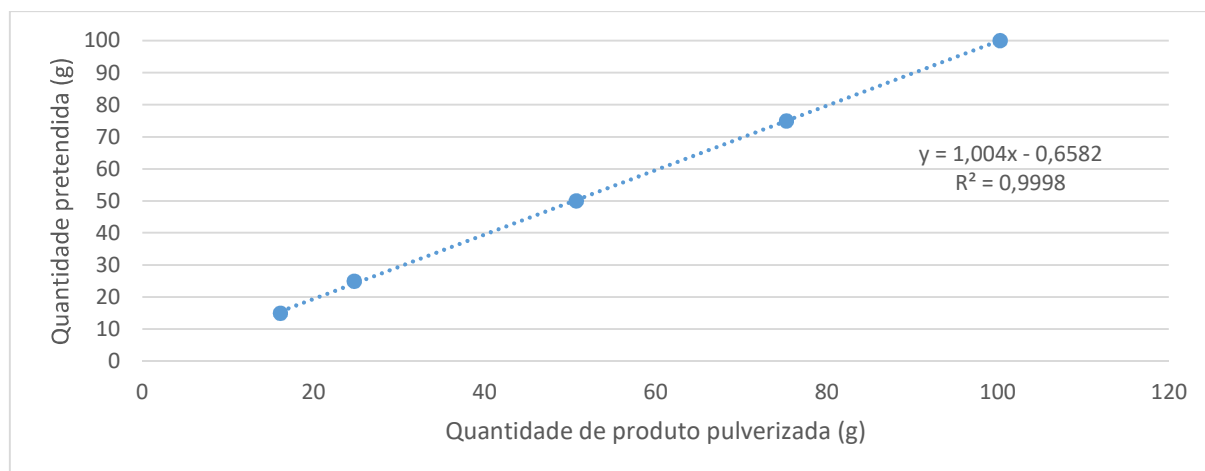


Figura 3.2: Curva de calibração da quantidade de produto pulverizada.



### 3.2. Primeira série de ensaios

Foram inicialmente planejados 5 ensaios.

Depois de analisados os resultados, seriam selecionadas as metodologias em que se obtiveram os melhores resultados e realizadas réplicas desses ensaios.

Os resultados obtidos em cada rolha estão presentes no anexo, bem como os dados obtidos no teste de Kruskal-Wallis na comparação dos resultados obtidos.

#### 3.2.1. Quantidade de produto aplicada

Ao observar a tabela 3.1 é possível constatar que a maioria das rolhas previamente numeradas e pesadas nos ensaios 1, 3, 3 R.1 e 3 R.2 perderam massa no processo de tratamento de superfície, o que na teoria, não seria de esperar, pois foi aplicado um produto sobre a superfície das rolhas. Estas rolhas não estiveram no processo de aspiração para evitar perdas de massa, mas o pó que poderia estar nos poros pode ter sido removido devido à rotação do tambor e à fricção entre as rolhas. A perda de massa pode também ter sido devida à diminuição do teor de humidade das rolhas durante o ensaio; as massas das rolhas podem variar muito ao longo do tempo devido a este fator, pois as rolhas são muito sensíveis a variações de humidade. Não foi possível avaliar, por isso, a quantidade de produto aplicada nas rolhas nestes ensaios.

Tabela 3.1: Valores obtidos referentes à quantidade de produto aplicada, para cada ensaio realizado.

Ensaio nº	1	2 com despoeiramento	2 sem despoeiramento	3	3 R.1	3 R.2	4	5
Média (mg)	-23,13	29,75	27,07	-8,42	-13,90	-13,99	6,32	3,74
D. Padrão1(mg)	11,82	4,17	4,60	147,38	28,41	6,34	4,54	3,58
Máximo (mg)	-0,40	39,20	40,20	1005,80	-4,40	-4,00	16,90	16,20
Mínimo (mg)	-78,10	16,80	10,90	-68,50	-209,30	-33,30	0,40	0,20

Decidiu-se, para o ensaio 2, usar a mesma metodologia que no ensaio 1, mas desta vez pesou-se e numerou-se também 50 rolhas que foram previamente despoeiradas e aquecidas. Neste ensaio as massas após o tratamento já foram superiores às massas iniciais, tanto nas rolhas que não foram despoeiradas como as que foram despoeiradas, e por isso foi possível analisar a quantidade de produto aplicada por rolha. A média da massa de produto aplicado nas rolhas sem despoeiramento foi inferior à média da massa de produto aplicada das rolhas que foram despoeiradas antes da pesagem, apesar de a diferença não ser significativa. Tal se pode dever à perda de pó presente nos poros das rolhas que não foram despoeiradas. Comparativamente com a massa total aplicada, ocorreram perdas significativas ao longo do tratamento.

Para o cálculo dos valores médios das quantidades de produto aplicado nos ensaios 4 e 5 não foram contabilizadas as rolhas que apresentaram uma diferença de massas negativa. Os

valores médios destes ensaios (6,32 mg/rolha e 3,74 mg/rolha, respetivamente) são valores muito baixos em relação às quantidades de produto aplicadas. Possivelmente, também nestes ensaios, as rolhas perderam pó que se poderia encontrar nos poros e/ou o teor de humidade baixou, mas a massa perdida não foi menor do que a quantidade de produto aplicada.

### 3.2.2. Forças de extração

Ao observar os dados da tabela 3.2 é possível constatar que, apesar da metodologia do ensaio 1 e a metodologia do ensaio 2 ter sido a mesma (só variam na quantidade de rolhas numeradas e no despoeiramento e pré-aquecimento de 50 destas no ensaio 2, como já referido), os valores médios de força de extração apresentam diferenças significativas; o ensaio 1 apresenta uma média de forças de extração de 40,2 daN, enquanto o ensaio 2 apresenta uma média de forças de extração de 26,1 daN para as rolhas despoeiradas e pré-aquecidas e uma média de forças de extração de 24,4 daN para as rolhas que não foram despoeiradas. A diferença entre os valores médios de forças de extração das rolhas do ensaio 2 não é significativa. O desvio padrão do ensaio 1 é o maior de todos os ensaios efetuados o que poderá indicar que o produto não foi bem aplicado.

Tabela 3.2: Valores obtidos referentes às forças de extração após 3 dias em garrafa.

F.E. do Ensaio nº	1	2 com despoeiramento	2 sem despoeiramento	3	3R.1	3R.2	4	5	Referência
Média (daN)	40,2	26,1	24,4	42,0	37,7	39,3	25,5	29,7	20,1
D. Padrão (daN)	10,7	4,34	5,0	7,6	6,9	6,5	5,3	4,9	3,1
Máximo (daN)	61,1	33,10	34,5	57,1	48,9	64,9	46,1	40,2	29,0
Mínimo (daN)	22,1	12,20	12,9	19,9	7,2	22,4	15,3	18,5	13,3

Nos ensaios 3, 3.R1 e 3.R2 as rolhas foram pré-tratadas com um produto também este de origem natural que serve para a melhor aderência e melhor espalhamento da cera de abelha sobre a rolha. Estes ensaios foram procedidos conforme a metodologia presente na ficha técnica dos dois produtos. Nos ensaios 3 e 3.R1 a pistola de pulverização entupiu quando se estava a aplicar a cera de abelha, e por isso não se conseguiu aplicar a quantidade estipulada. No ensaio 3.R2 conseguiu-se aplicar sobre as rolhas as quantidades de produto requeridas. Comparando as forças de extração destes 3 ensaios, é possível constatar que as forças de extração são elevadas e que não há diferenças significativas entre os 3 ensaios, mesmo apesar das quantidades de cera de abelha aplicadas sobre as rolhas terem sido diferentes.

No ensaio 4 obteve-se o valor médio de forças de extração mais baixo entre os ensaios realizados, 25,5 daN, com um desvio padrão baixo, de 5,3. No ensaio 4 aplicou-se menos quantidade de produto e a velocidade de rotação foi mais baixa em relação aos ensaios 1 e 2, mas os valores obtidos não apresentam diferenças significativas. Uma velocidade de

rotação do tambor mais baixa poderá favorecer a aplicação do produto nas rolhas e/ou baixar as perdas de produto pelos poros do tambor.

No ensaio 5, a aplicação de produto foi manual, e como tal não se fundiu o produto antes da aplicação. O produto revestiu as paredes das rolhas por fricção entre o produto e as rolhas e entre as próprias rolhas graças à elevada velocidade de rotação do tambor. Algum do produto ficou agarrado às paredes do tambor, contudo o valor médio da força de extração, 29,7 daN, não é elevado. O desvio padrão, 4,9, é baixo, confirmando assim o bom espalhamento do produto, mesmo apesar do método de aplicação do produto poder ser propenso a um espalhamento irregular.

Em comparação com as rolhas com o tratamento de referência, os valores médios das forças de extração dos ensaios realizados com a cera de abelha são superiores. Os valores médios das forças de extração dos ensaios 2 e 4 são os que mais se aproximam do valor médio da referência; o valor médio das forças de extração do ensaio 2 (com despoeiramento) é superior em 30%, o valor médio das forças de extração do ensaio 2 (sem despoeiramento) é de 21% e valor médio do ensaio 4 é superior em 27%. O valor máximo obtido nas rolhas de referência é inferior ao valor máximo das rolhas dos restantes ensaios, apesar de ser próximo dos valores obtidos no ensaio 2.

Na figura 3.3 é possível observar os diagramas de caixa onde é possível observar as semelhanças dos dados obtidos no ensaio 2 com os ensaios 4 e 5, e as semelhanças dos dados obtidos nos ensaios 3, 3.R1 e 3.R2. Os extremos superior e inferior do diagrama e do 1º e 3º quartis do ensaio 1 estão mais afastados da mediana do que nos restantes ensaios.

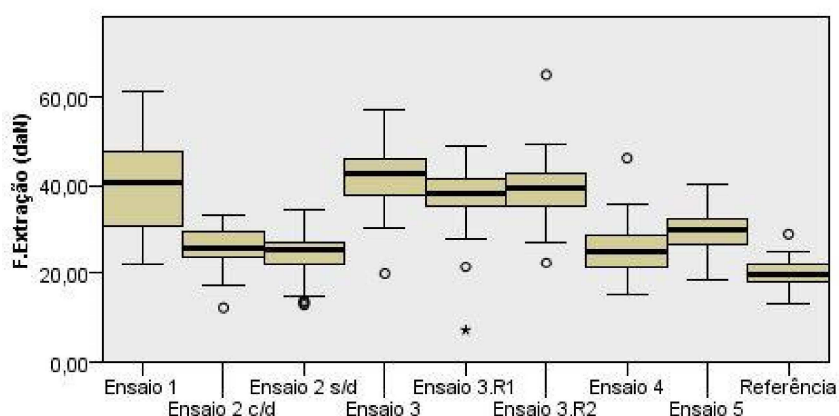


Figura 3.3 Diagramas de caixa com os dados das forças de extração após 3 dias em garrafa

Analisando estatisticamente os resultados, os dados do ensaio 1 apresenta semelhanças com os dados obtidos nos ensaios 3, 3.R1 e 3.R2, respetivamente. Os ensaios 3, 3.R1 e 3.R2 são semelhantes entre si, tal como os dados obtidos no ensaio 2 com os obtidos no ensaio 4. Os dados do ensaio 5 são semelhantes aos dados do ensaio 4 e com os dados das rolhas do ensaio 2 previamente despoeiradas.

Os resultados obtidos com as rolhas de referência são semelhantes apenas com os resultados das rolhas sem despoeiramento do ensaio 2.

### 3.2.3. Migração

Como é possível observar na tabela 3.3, à exceção das rolhas sem despoeiramento do ensaio 2, os valores médios de migração não apresentam diferenças significativas entre os ensaios realizados. No ensaio 2 as rolhas que não foram despoeiradas apresentam um valor médio de migração mais baixo do que as rolhas despoeiradas e pré-aquecidas antes da pesagem, e até mais baixo do que as rolhas dos restantes ensaios. O pó presente nas rolhas pode dificultar a migração de solução pela rolha.

Tabela 3.3: Resumo dos valores obtidos referentes à migração, para cada ensaio realizado após 3 dias em garrafa.

Migração do Ensaio nº	1	2 com despoeiramento	2 sem despoeiramento	3	3R.1	3R.2	4	5	Referencia
Média (mm)	8,1	7,9	3,8	9,5	7,5	5,0	8,8	6,3	3,1
D. Padrão (mm)	10,2	11,2	8,8	9,3	5,4	8,1	10,3	9,0	8,3
Máximo (mm)	42,0	45,0	40,0	41,0	22,0	38,0	45,0	45,0	35,0
Mínimo (mm)	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0

Comparativamente às rolhas com o tratamento de referência, os valores médios de migração em todos os ensaios realizados são superiores. A cera de abelha poderá, nestas condições, não ser tão eficiente a impedir a migração de solução comparativamente com o tratamento de referência.

Na figura 3.4 é possível observar os diagramas de caixa obtido onde é possível observar que a maioria dos resultados do ensaio 2 estão muito próximos à mediana, tal como os resultados obtidos com as rolhas com o tratamento de referência, para além do valor da mediada ser aproximada baixa, tal como tinha sido referido. Também é possível observar que o ponto extremo superior do diagrama e o terceiro quadril do ensaio 1 são superiores do que os restantes ensaios (tal como tinha ocorrido com as forças de extração). Os extremos superiores e os terceiros quadris dos diagramas dos ensaios das rolhas com despoeiramento do ensaio 2 e nas rolhas do ensaio 3 são também elevados, mas de salientar que a mediana das rolhas com despoeiramento do ensaio 2 é baixo.

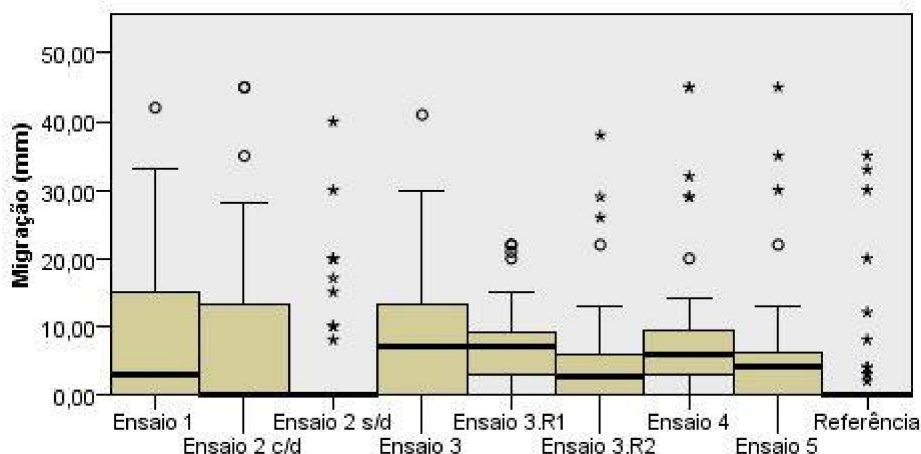


Figura 3.4: Diagramas de caixa obtidos com os dados de migração após 3 dias em garrafa.

Na realização da análise estatística, constata-se que os resultados obtidos com as rolhas sem despoeiramento (rolhas com que se obtiveram os melhores resultados quanto à migração) são semelhantes apenas com os resultados obtidos com as rolhas despoeiradas do ensaio 2, com as rolhas do ensaio 5 e com as rolhas com o tratamento de referência. Os resultados obtidos nos restantes ensaios são semelhantes entre si à exceção dos obtidos nos ensaios 3.R1 e 3.R2.

As únicas rolhas que apresentam semelhanças com as rolhas referência são as rolhas sem despoeiramento do ensaio 2 e as rolhas do ensaio 3.R2.

#### 3.2.4. Absorção em garrafa

À exceção do ensaio 3, os valores médios de absorção estão muito semelhantes, como se pode observar na tabela 3.4. Os valores médios de absorção dos ensaios realizados com cera de abelha são baixos, por isso pode-se concluir que o produto impede a absorção de solução por parte da rolha, mas não tão bem quanto o tratamento de referência que apresenta um valor médio muito baixo (0,95%). O desvio padrão das rolhas de referência também é muito baixo (1,71%), tal como o valor máximo obtido (1,71%).

Tabela 3.4: Valores obtidos referentes à absorção de solução, para cada ensaio realizado após 3 dias em garrafa.

Absorção do ensaio n°	1	2 com despoeiramento	2 sem despoeiramento	3	3R.1	3R.2	4	5	Referência
Média (%)	2,99	2,98	2,29	8,01	2,72	-	2,85	2,31	0,95
D. Padrão (%)	2,42	2,55	2,31	9,82	6,06	-	4,67	2,76	0,31
Máximo (%)	13,50	13,60	11,53	44,97	42,39	-	30,40	19,27	1,71
Mínimo (%)	0,83	0,00	0,29	0,00	-0,87	-	-1,96	0,00	0,28

O valor de absorção do ensaio 3 pode ser justificado com a pouca quantidade de produtos aplicada, podendo fazer com que as rolhas ficassem menos impermeáveis do que as rolhas dos restantes ensaios.

Os valores mínimos dos ensaios 3.R1 e 4 são negativos. Pode não ter ocorrido absorção de solução por parte dessas rolhas e/ou pode ter ocorrido perda de massa devido à variação da humidade da rolha e/ou pode também ter ocorrido perda de massa no processo de extração das rolhas.

Na figura 3.5 é possível observar os diagramas de caixa obtidos, onde é possível observar que, à exceção do ensaio 3, a maioria dos resultados obtidos estão próximos da mediana.

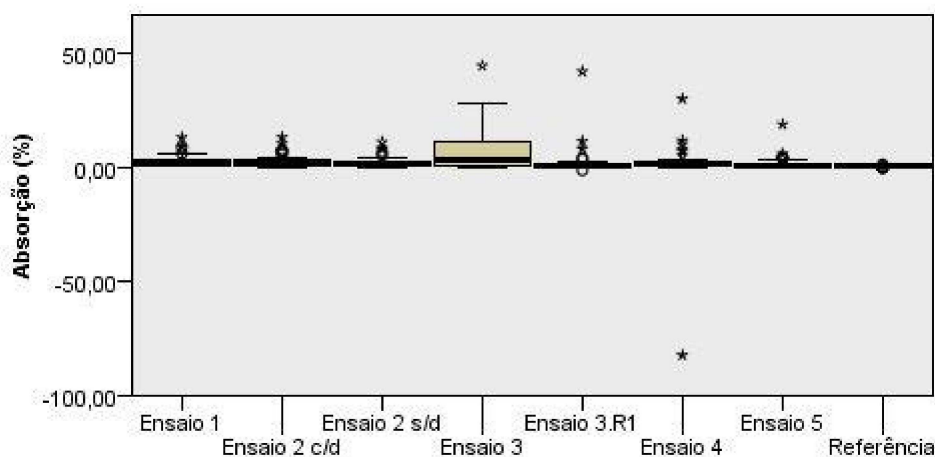


Figura 3.5: Diagramas de caixa obtidos com os dados da absorção após 3 dias em garrafa.

Não se conseguiu realizar o teste de Kruskal-Wallis, já que o programa apresentava sempre um erro sempre que se tentava realizar o teste, mas como já foi referido, os resultados obtidos são muitos semelhantes, mesmo comparativamente com as rolhas de referencia, à exceção dos resultados obtidos no ensaio 3.

### 3.3. Segunda série de ensaios

Esta sequência de ensaios tem como objetivos replicar os melhores ensaios obtidos na primeira série e preparar amostras para o engarrafamento em cave.

O ensaio 4 apresentou bons resultados quanto às forças de extração, migração e absorção em garrafa, valores estes que são muito semelhantes aos do ensaio 2. Na metodologia do ensaio 4, em comparação com a metodologia do ensaio 2, aplica-se menos produto, a duração do ensaio é menor e a velocidade de rotação é mais baixa. Decidiu-se então fazer mais dois ensaios segundo a metodologia deste ensaio.

A determinação de uma metodologia para a aplicação da cera de abelha de forma manual é importante, pois poderá não estar disponível o equipamento indicado para a fusão e pulverização do produto no momento da sua aplicação. Os resultados obtidos no ensaio 5 foram bons, por isso decidiu-se fazer mais dois ensaios seguindo uma metodologia



semelhante à usada neste ensaio. Decidiu-se que quantidade de produto a aplicar será maior do que a aplicada no ensaio 5 de forma a compensar as perdas registadas.

Os ensaios 4.R1 e 4.R2 seguiram a metodologia do ensaio 4. As massas de produto aplicadas foram ligeiramente diferentes por causa do equipamento de pulverização que não consegue pulverizar com exatidão a massa pedida. No ensaio 4.R1 foi pulverizado menos 4 gramas que no ensaio 4 e no ensaio 4.R2 foi pulverizado mais 2 gramas que no ensaio 4.

O ensaio 5.R1 seguiu a mesma metodologia usada no ensaio 5, tendo variado apenas nas massas aplicadas; de modo a compensar as perdas registadas no ensaio 5 (em torno de 20%), decidiu-se aplicar mais 20% de cera de abelha do que aquela que foi aplicada no ensaio 5. Possivelmente devido à temperatura ambiente do dia do ensaio (altas temperaturas facilitam a aplicação do produto), neste ensaio não foram detetadas perdas de produto. Decidiu-se por isso que o ensaio 5.R2 se iria aplicar a mesma quantidade de cera de abelha que foi aplicada no ensaio 5, e neste ensaio também não foram detetadas perdas de produto.

Nestes ensaios, ao contrário do que tinha sido feito nos ensaios anteriores, não se numerou nem se pesou rolhas para avaliar a quantidade de produto aplicada, mas engarrafou-se 50 rolhas de cada ensaio e estudou-se o comportamento após 3 dias em garrafa, tal como se fez nos ensaios prévios. Engarrafaram-se também 30 rolhas de cada ensaio e 30 rolhas com o tratamento de referência. 10 garrafas engarrafadas com rolhas de cada ensaio foram colocadas à temperatura ambiente, 10 garrafas foram colocadas em estufa a 37°C e 10 garrafas foram colocadas no frigorífico a 1°C. Uma semana depois determinou-se as forças de extração, migração e absorção.

Realizaram-se também testes de capilaridade em 10 rolhas de cada ensaio

Os resultados obtidos em cada rolha estão disponíveis no anexo bem como os testes de Kruskal-Wallis.

### 3.3.1. Extração ao fim de 3 dias

#### 3.3.1.1. Forças de extração

Comparando os resultados das forças de extração dos ensaios 4.R1 e 4.R2 com o ensaio 4, presentes na tabela 3.5, pode-se constatar que, apesar da metodologia usada ter sido a mesma, a média das forças de extração do ensaio 4.R1 e 4.R2 (33,4 e 31,5, respetivamente) é superior à média das forças de extração do ensaio 4 (25,5 daN), contudo os valores obtidos nos ensaios 4.R1 e 4.R2 são semelhantes. Os valores do desvio padrão são semelhantes, tal como os valores máximos obtidos. O valor mínimo obtido no ensaio 4.R2 (21,1 daN) é maior

que os valores mínimos obtidos nos ensaios 4 e 4.R1 (15,3 e 12,5, respetivamente). Os valores médios obtidos nos ensaios 4.R1 e 4.R2 são superiores ao valor médio das rolhas de referência (20,1 daN).

Tabela 3.5: Valores das forças de extração obtidos da segunda série de ensaios após 3 dias em garrafa.

F.E. do Ensaio nº	4	4.R1	4.R2	5	5.R1	5.R2	Referência
Média (daN)	25,5	33,4	31,5	29,7	29,2	27,6	20,1
D. Padrão (daN)	5,3	5,1	5,5	4,9	4,8	5,3	3,1
Máximo (daN)	46,1	47,3	44,9	40,2	41,2	38,0	29,0
Mínimo (daN)	15,3	12,5	21,1	18,5	19,6	17,4	13,3

Ao observar a tabela 3.5, pode-se também constatar que os valores médios das forças de extração dos ensaios 5.R1 e 5.R2 (29,2 e 27,6, respetivamente) estão dentro da especificação e não apresentam diferenças significativas, mesmo apesar de no ensaio 5.R1 ter sido aplicada uma maior quantidade de produto do que no ensaio 5.R2. Os resultados obtidos nestes ensaios não diferem muito dos obtidos no ensaio 5, apesar de neste ensaio algum do produto (cerca de 20%) ter ficado nas pás do tambor. Os valores médios obtidos nos ensaios 5.R1 e 5.R2 são superiores ao valor médio das rolhas de referência 45% e 37%, respetivamente.

Comparando todos os ensaios, os valores médios das forças de extração dos ensaios onde o produto foi aplicado manualmente (ensaios 5, 5.R1 e 5.R2) são ligeiramente inferiores aos valores médios dos ensaios 4.R1 e 4.R2. O valor médio do ensaio 4 destaca-se entre os restantes, sendo este o valor mais baixo. Os valores do desvio padrão são semelhantes e relativamente baixos, podendo assim confirmar o bom espalhamento e aplicação do produto em todos os ensaios. Apesar dos valores médios das forças de extração das rolhas tratadas com cera de abelha serem superiores ao valor médio das rolhas de referência, estes valores estão dentro da gama de valores estipulada (entre 15 daN e 45 daN).

Na figura 3.6 é possível observar os diagramas de caixa obtidos, onde é possível observar que a maioria dos resultados obtidos com as rolhas dos ensaios 4.R1 e 4.R2 são superiores às forças de extração obtidas no ensaio 4. A dispersão dos resultados obtidos no ensaio 4.R1 é menor do que as registadas nos ensaios 4 e 4.R2.

Ao observar a figura 3.6 é possível constatar que forças de extração obtidas no ensaio 5 são similares às forças de extração obtidas nos ensaios 5.R1 e 5.R2, tal como já tinha sido referido, sendo que o extremo superior e o extremo inferior do diagrama do ensaio 5.R1 se encontram mais próximos em comparação com os ensaios 5 e 5.R2.

Pode-se verificar também que não existem diferenças significativas distribuição dos resultados dos ensaios onde a aplicação foi realizada de forma automática comparativamente com os ensaios onde a aplicação foi realizada de forma manual, tal como os desvios padrão



dos ensaios também traduzem. Pode-se assim dizer que o espalhamento do produto é semelhante nos dois casos.

Os valores extremos obtidos com as rolhas de referência encontram-se mais aproximados comparativamente com os restantes ensaios.

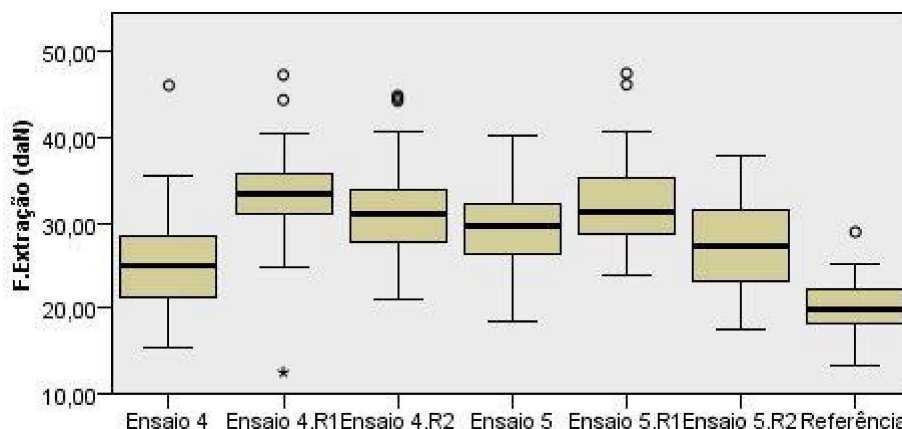


Figura 3.6: Diagramas de caixa obtidos para as forças de extração após 3 dias em garrafa.

Na realização da análise estatística, constata-se que os resultados obtidos com as rolhas do ensaio 4 são diferentes dos obtidos dos ensaios 4.R1 e 4.R2, mas os resultados dos ensaios 4.R1 e 4.R2 são semelhantes entre si, tal como já se tinha concluído. Os resultados obtidos dos ensaios 5 são semelhantes com os obtidos nos ensaios 5.R1 e 5.R2, mas os resultados obtidos nos ensaios 5.R1 e 5.R2 não o são entre si. Os resultados do ensaio 4.R2 são semelhantes com os dos ensaios 5.R1 e 5.R2.

Os resultados obtidos com as rolhas com o tratamento de referência são diferentes dos resultados obtidos com as rolhas dos ensaios realizados.

### 3.3.1.2. Migração

Ao observar os resultados na tabela 3.6 pode-se constatar que o valor médio da migração obtido no ensaio 4 (8,8 mm) é superior aos valores médio dos ensaios 4.R1 e 4.R2 (4,8 mm e 3,3 mm). Verificou-se que houve migração total de solução nestes três ensaios (2 rolhas no ensaio 4 e uma nos ensaios 4.R1 e 4.R2).

Tabela 3.6: Valores obtidos referentes à migração na segunda série de ensaios após 3 dias em garrafa.

Migração do Ensaio nº	4	4.R1	4.R2	5	5.R1	5.R2	Referência
Média (mm)	8,8	4,8	3,3	6,3	4,9	7,5	3,08
D. Padrão (mm)	10,3	8,3	7,8	9,0	8,8	8,2	3,1
Máximo (mm)	45,0	45,0	45,0	45,0	39,0	31,0	35,0
Mínimo (mm)	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0

Os valores médios obtidos nos ensaios 5, 5.R1 e 5.R2 (6,3 mm, 4,9 mm e 7,5 mm, respectivamente) não apresentam diferenças significativas. Não se registou migração total de solução em nenhuma das rolhas engarrafadas dos ensaios 5.R1 e 5.R2.

Comparando todos os ensaios, os dados de migração obtidos nos ensaios onde o produto foi aplicado de forma automática não diferem muito dos dados obtidos onde o produto foi aplicado de forma manual. O valor médio de migração das rolhas de referência é inferior ao valor médio dos restantes ensaios realizados, sendo o valor médio do ensaio 4.R2 o mais aproximado. Pode-se então constatar que, nestas condições, a cera de abelha não impede tão bem a migração de solução quanto o tratamento de referência.

Na figura 3.7 é possível observar os diagramas de caixa obtidos, onde é possível observar que a maioria dos dados obtidos com as rolhas com o tratamento de referencia estão muito aproximados do valor médio, tal como o desvio padrão também já traduz, ao contrário dos dados dos restantes ensaios onde a dispersão é maior.

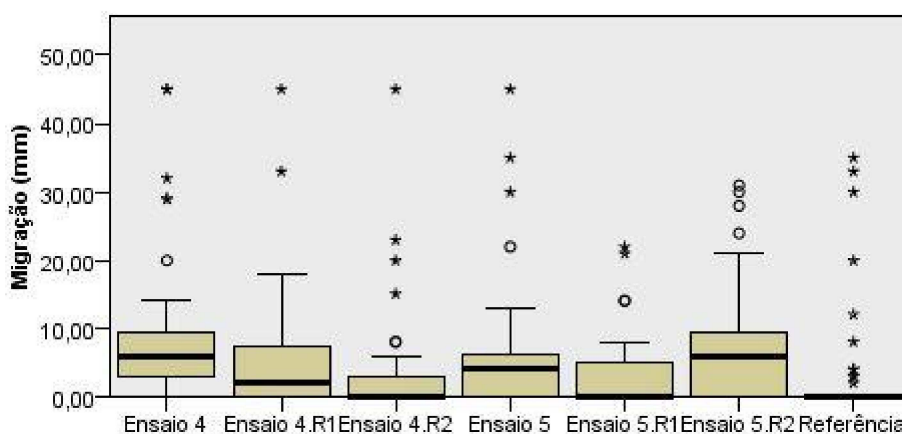


Figura 3.7: Diagramas de caixa obtidos com os dados da migração após 3 dias em garrafa.

Na realização da análise estatística, constata-se que, tal como nas forças de extração, os resultados de migração obtidos no ensaio 4 diferem dos resultados obtidos nos ensaios 4.R1 e 4.R2, mas os resultados dos ensaios 4.R1 e 4.R2 são semelhantes entre si. Os resultados obtidos com as rolhas dos ensaios 5.R1 e 5.R2 são diferentes entre si mas semelhantes aos resultados obtidos com as rolhas do ensaio 5.

Comparando os resultados com os ensaios com formas diferentes de aplicação do produto, os resultados obtidos com as rolhas do ensaio 4.R1 são semelhantes com os resultados obtidos nos ensaios 5.R1 e 5.R2 e os resultados obtidos em 4.R2 são semelhantes apenas com os do ensaio 5.R1.

Os resultados de migração dos ensaios 4.R1, 4.R2 e 5.R1 são semelhantes com os da referência.

### 3.3.1.3. Absorção

Ao observar os dados da tabela 3.7 é possível constatar que os valores médios de absorção de solução por parte das rolhas de cada ensaio são semelhantes.

Tabela 3.7: Resumo dos valores obtidos referentes à absorção de solução na segunda série de ensaios após 3 dias em garrafa.

Absorção do ensaio nº	4	4.R1	4.R2	5	5.R1	5.R2	Referência
Média (%)	2,85	1,33	1,57	2,31	1,39	2,01	0,95
D. Padrão (%)	4,67	1,78	1,10	2,76	0,63	1,95	0,31
Máximo (%)	30,40	12,77	6,67	19,27	3,44	9,88	1,71
Mínimo (%)	-1,96	-0,29	0,49	0,00	0,27	-0,26	0,28

O valor máximo dos ensaios 4, 4.R1 e 5 são muito elevados em comparação com os valores médios. Os valores mínimos dos ensaios 4, 4.R1 e 5.R2 são negativos. Pode não ter ocorrido absorção de solução por parte dessas rolhas e pode ter ocorrido perda de massa devido à variação da humidade da rolha e/ou pode também ter ocorrido perda de massa no processo de extração das rolhas.

O valor médio das rolhas de referência é inferior ao valor médio dos ensaios realizados com cera de abelha.

Na figura 3.8 é possível observar os diagramas de caixa obtido no programa IMB SPSS Statistics na realização do teste de Kruskal-Wallis, onde é possível observar que a maioria dos resultados dos ensaios estão próximos ao respetivo valor da mediana.

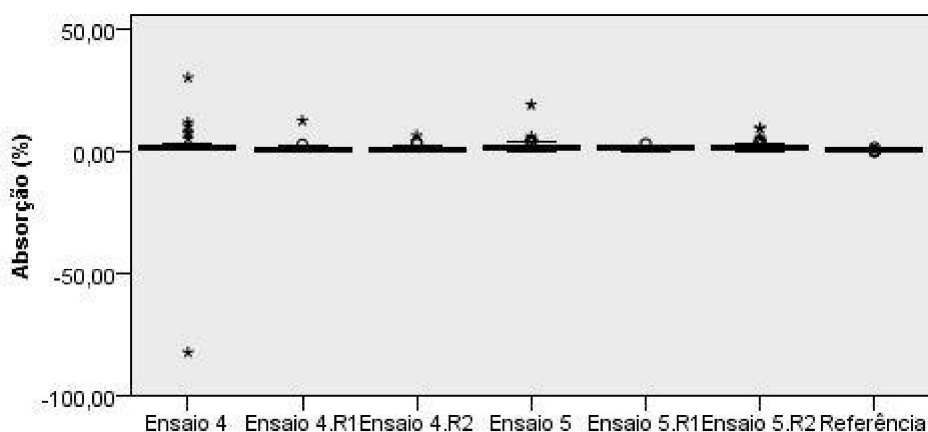


Figura 3.8: Diagramas de caixa obtidos com os dados da absorção após 3 dias em garrafa.

Na realização da análise estatística, conclui-se que, apesar dos valores médios de todos os ensaios ter sido semelhante, existem diferenças entre os ensaios. Os resultados obtidos no ensaio 4.R1 são diferentes dos resultados obtidos nos ensaios 4, 5 e 5.R2.

Comparativamente com os resultados de absorção obtido com as rolhas com o tratamento de referência, apenas os resultados obtidos no ensaio 4.R1 são semelhantes.

### 3.3.2. Extração ao fim de 8 dias

Engarrafaram-se 30 rolhas de cada ensaio realizado na segunda série de ensaios e 30 rolhas com o tratamento de referência para estudar o seu comportamento a diferentes temperaturas.

10 garrafas engarrafadas com rolhas de cada ensaio foram colocadas à temperatura ambiente, 10 em estufa a 37°C e 10 no frigorífico a 1°C.

Uma semana depois determinou-se as forças de extração, migração e absorção.

Ao contrário dos engarrafamentos em que a extração das rolhas foi efetuada ao fim de 3 dias, os resultados obtidos não vão ser comparados com os resultados dos ensaios 4 e 5, pois não se realizou este teste nestes dois ensaios.

Os resultados obtidos para cada rolha estão disponíveis no anexo, bem como os resultados obtidos no teste de Kruskal-Wallis na comparação dos resultados.

#### 3.3.2.1. Temperatura ambiente

##### 3.3.2.1.1. Forças de extração

Como é possível observar na tabela 3.8, o valor médio das forças de extração do ensaio 4.R2 é muito elevado (47,4). Os valores dos restantes ensaios são semelhantes e próximos aos valores das rolhas de referência.

Tabela 3.8: Resumo dos valores obtidos da força de extração ao fim de 8 dias em garrafa à temperatura ambiente.

F.E. do Ensaio nº	4.R1	4.R2	5.R1	5.R2	Referência
Média (daN)	35,3	47,4	32,9	32,3	29,9
D. Padrão (daN)	6,8	6,9	6,5	5,6	8,4
Máximo (daN)	46,5	51,6	42,4	44,4	48,7
Mínimo (daN)	23,9	30,2	22,9	24,6	19,7

Excluindo o ensaio 4.R2, em que os valores obtidos foram superiores, Os valores máximo e mínimo obtidos são semelhantes, mesmo comparativamente com os valores das rolhas com o tratamento de referência.

Na figura 3.9 é possível observar que a mediana e o valor máximo obtido no ensaio 4.R2 estão muito próximos e que a diferença entre o valor do extremo superior e o valor do extremo inferior na referência é grande, tal como também é possível constatar ao se observar os valores máximo e mínimo presentes na tabela 3.8.

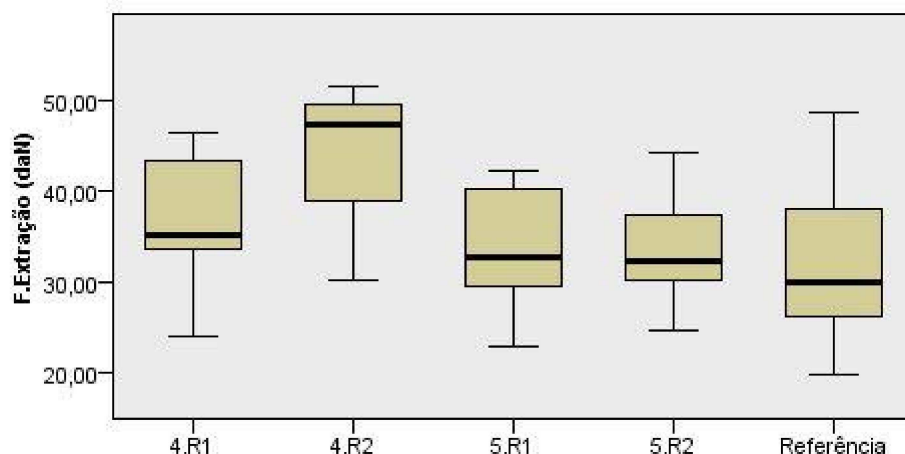


Figura 3.9: Diagramas de caixa obtidos com os dados das forças de extração ao fim de 8 dias em garrafa à temperatura ambiente

Na realização da análise estatística, os únicos resultados que não são semelhantes são os do ensaio 4.R2 comparativamente com os resultados do ensaio 5.R2 e com os resultados de referência.

#### 3.3.2.1.2. Migração

Como é possível observar na tabela 3.9, os valores médios de migração são de 0 para todos os grupos de rolhas, ao contrário dos valores obtidos ao fim de 3 dias. Estes valores podem ter sido devidos ao facto de nestes testes ter sido usado vinho em vez de uma solução alcoólica corada, solução esta que poderá promover mais migração do que o vinho. De salientar também que a população dos grupos é cinco vezes menor que os outros testes realizados.

Tabela 3.9: Valores obtidos da migração ao fim de 8 dias em garrafa à temperatura ambiente

Migração do Ensaio nº	4.R1	4.R2	5.R1	5.R2	Referência
Média (mm)	0	0	0	0	0
D. Padrão (mm)	2	7	7	0	3
Máximo (mm)	5	22	22	0	8
Mínimo (mm)	0	0	0	0	0

Em comparação com as rolhas de referência, os valores médios obtidos são equivalentes. Os valores máximos de migração obtidos nos ensaios 4.R2 e 5.R1 foram mais elevados que o valor máximo da referência e isso afetou também os valores do desvio padrão.

Não se conseguiu realizar o teste de Kruskal-Wallis com os resultados obtidos devido a um erro do programa.

### 3.3.2.1.3. Absorção

Como é possível observar na tabela 3.10, os valores médios de absorção de vinho em garrafa ao fim de uma semana são semelhantes. Ao contrário dos valores que se obtiveram ao fim de 3 dias em garrafa, o valor médio de absorção das rolhas de referência é superior aos valores médios dos restantes ensaios. Este valor é também superior ao valor obtido ao fim de 3 dias, ao contrário dos valores médios dos ensaios 4.R1, 5.R1 e R2 que são inferiores. O valor médio do ensaio 4.R2 é ligeiramente superior ao valor obtido ao fim de 3 dias em garrafa.

Tabela 3.10: Valores de absorção obtidos ao fim de 8 dias em garrafa à temperatura ambiente.

Absorção do ensaio nº	4.R1	4.R2	5.R1	5.R2	Referência
Média (%)	1,81	1,42	1,63	1,24	2,09
D. Padrão (%)	3,68	0,48	0,46	0,46	0,96
Máximo (%)	13,39	2,20	2,41	1,83	3,68
Mínimo (%)	1,26	0,66	0,81	0,59	0,80

Como já foi referido, o vinho pode ter um comportamento diferente na rolha em comparação com a solução que foi usada no engarrafamento a 3 dias.

Na figura 3.10 é possível observar os diagramas de caixa, onde é possível observar que os resultados obtidos nos ensaios 4.R1 e com as rolhas de referência abrangem uma maior gama de resultados.

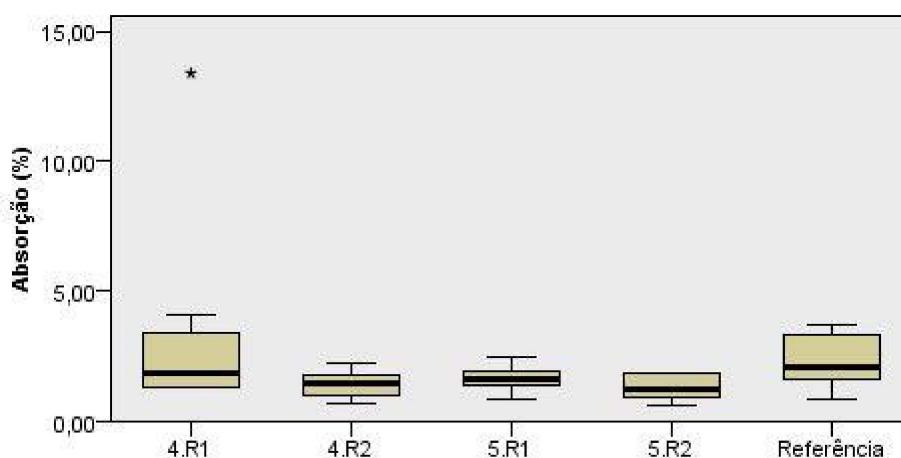


Figura 3.10: Diagramas de caixa obtidos com os dados da absorção obtidos ao fim de 8 dias em garrafa à temperatura ambiente.

Na realização da análise estatística, os dados obtidos em todos os ensaios são semelhantes entre si.

### 3.3.2.2. 1°C

#### 3.3.2.2.1. Forças de extração

Como é possível observar na tabela 3.11, os valores médios obtidos são semelhantes aos valores obtidos à temperatura ambiente.

Tabela 3.11: Valores das forças de extração obtidos ao fim de 8 dias em garrafa a 1°C.

F.E. do Ensaio nº	4.R1	4.R2	5.R1	5.R2	Referência
Média (daN)	34,6	43,8	30,3	32,9	30,3
D. Padrão (daN)	3,1	6,0	4,7	3,4	3,5
Máximo (daN)	40,1	56,8	43,7	38,0	35,7
Mínimo (daN)	31,2	38,1	27,7	27,5	23,7

O valor médio do ensaio 4.R2 é também elevado a baixas temperaturas, apesar do valor obtido ter sido ligeiramente mais baixo ao valor obtido à temperatura ambiente. De salientar que neste ensaio foi aplicado mais produto que no ensaio 4.R1.

Os valores médios dos ensaios 5.R1 e 5.R2 são semelhantes apesar de no ensaio 5.R2 ter sido aplicada uma menor quantidade de produto que no ensaio 5.R1. Os valores médios dos ensaios 4.R1, 5.R1 e 5.R2 estão semelhantes ao valor das rolhas de referência.

Na figura 3.11 é possível observar os diagramas de caixa obtido no programa IMB SPSS Statistics durante a realização do teste de Kruskal-Wallis, onde é possível observar que o diagrama referente aos resultados do ensaio 4.R2 se encontra acima dos restantes diagramas que se encontram praticamente ao mesmo nível.

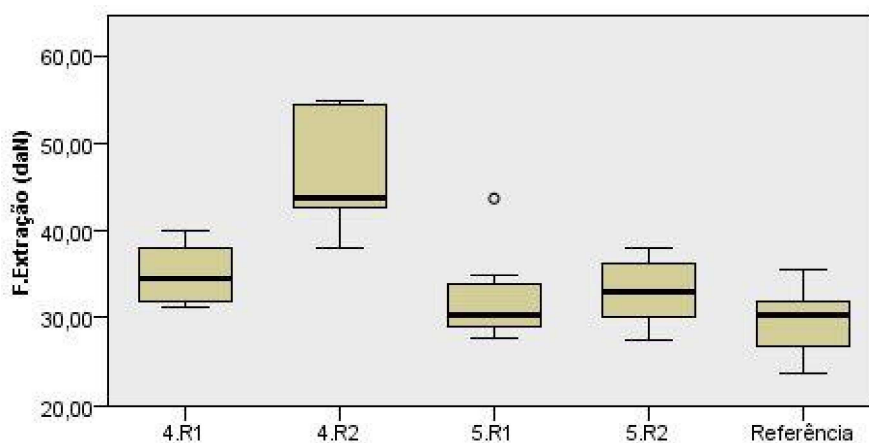


Figura 3.11: Diagramas de caixa obtidos com os dados das forças de extração obtidos ao fim de 8 dias em garrafa a 1°C.

Na realização da análise estatística, constata-se que os resultados dos ensaios 4.R1 e 4.R2, apesar dos valores médios serem diferentes, são semelhantes. Os resultados dos ensaios 5.R1 e 5.R2. são também semelhantes.

Os resultados do ensaio 4.R1 são semelhantes aos obtidos nos ensaios 5.R1 e 5.R2, ao contrário dos resultados do ensaio 4.R2 que não é semelhante com nenhum dos ensaios onde se aplicou a cera de abelha de forma manual.

À exceção dos resultados do ensaio 4.R2, os resultados obtidos dos restantes ensaios são semelhantes aos resultados obtidos com os da referência.

#### 3.3.2.2.2. Migração

Como é possível observar na tabela 3.12, os valores médios de migração é de 0 para todos os grupos de rolhas, ao contrário dos valores obtidos ao fim de 3 dias, não tendo sido mesmo registado qualquer progressão nas rolhas tratadas com cera de abelha, ao contrário do que aconteceu com as rolhas de referência onde se registou progressão de vinho numa das rolhas. As baixas temperaturas poderão dificultar a progressão de vinho nas rolhas tratadas com a cera de abelha.

Tabela 3.12: Valores de migração obtidos ao fim de 8 dias em garrafa a 1°C

Migração do Ensaio nº	4.R1	4.R2	5.R1	5.R2	Referência
Média (mm)	0	0	0	0	0
D. Padrão (mm)	0	0	0	0	1
Máximo (mm)	0	0	0	0	3
Mínimo (mm)	0	0	0	0	0

Não se conseguiu realizar o teste de Kruskal-Wallis com os resultados obtidos devido a um erro do programa.

#### 3.3.2.2.3. Absorção

Como é possível observar na tabela 3.13, tal como aconteceu nos testes à temperatura ambiente, os valores médios de absorção das rolhas dos ensaios realizados são inferiores ao valor médio das rolhas de referência. À exceção do valor médio do ensaio 4.R2, que apresenta um valor médio mais baixo do que o valor médio obtido à temperatura ambiente, os restantes valores obtidos são semelhantes aos valores obtidos à temperatura ambiente.

Tabela 3.13: Valores de absorção obtidos ao fim de 8 dias em garrafa a 1°C

Absorção do ensaio nº	4.R1	4.R2	5.R1	5.R2	Referência
Média (%)	1,51	0,81	1,14	1,27	2,18
D. Padrão (%)	0,81	0,50	0,55	0,41	0,83
Máximo (%)	3,77	1,75	2,41	2,11	4,05
Mínimo (%)	0,91	0,29	0,60	0,56	1,38

Na figura 3.12 é possível observar os diagramas de caixa obtidos, onde é possível observar que o diagrama referente aos dados da referência se encontra acima dos restantes diagramas.



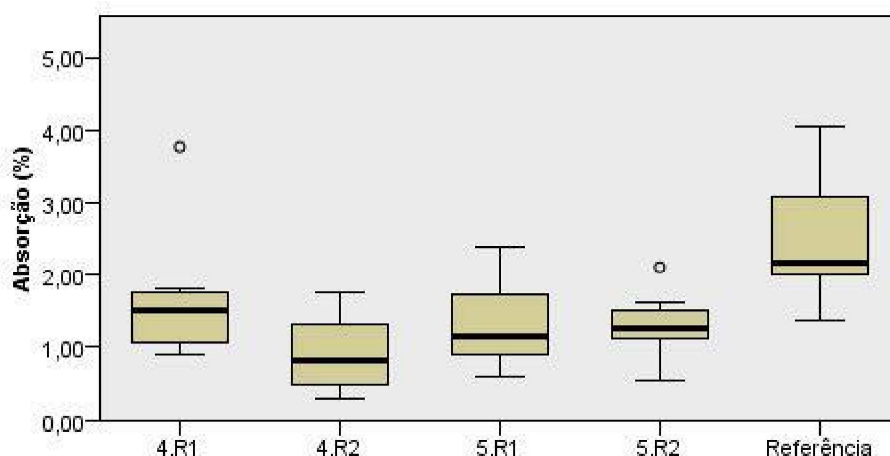


Figura 3.12: Diagramas de caixa obtidos com os dados da absorção obtidos ao fim de 8 dias em garrafa a 1°C.

Na realização da análise estatística, constata-se que os resultados dos ensaios 4.R2, 5.R1 e 5.R2 são diferentes dos resultados obtidos com as rolhas com o tratamento de referência, o que neste caso é bom, pois estes ensaios apresentaram melhores resultados.

### 3.3.2.3. 37°C

#### 3.3.2.3.1. Forças de extração

Como é possível observar na tabela 3.14, os valores médios das forças de extração das rolhas tratadas com cera de abelha são elevados em comparação com a referência. Os valores médios obtidos nos ensaios 5.R1 e 5.52 são superiores em comparação com os resultados obtidos a outras temperaturas, tal como o valor medio do ensaio 4.R1, mas não de forma tão acentuada. O valor médio das forças de extração do ensaio 4.R2 é mais baixa em comparação com os valores médios das rolhas deste ensaio à temperatura ambiente e a frio, contudo este valor continua elevado.

Tabela 3.14: Valores de absorção obtidos ao fim de 8 dias em garrafa a 37°C.

F.E. do Ensaio nº	4.R1	4.R2	5.R1	5.R2	Referência
Média (daN)	37,3	40,1	37,6	38,2	26,4
D. Padrão (daN)	11,4	6,0	7,1	4,9	12,1
Máximo (daN)	56,7	51,5	45,8	43,3	53,2
Mínimo (daN)	23,3	32,9	27,0	28,4	19,0

O valor médio das forças de extração das rolhas de referência baixou ligeiramente em relação aos testes realizados à temperatura ambiente e a frio. Este valor é significativamente mais baixo do que os valores obtidos nas rolhas tratadas com a cera de abelha.

Elevadas temperaturas poderão aumentar as forças de extração das rolhas tratadas com cera de abelha.

Na figura 3.13 é possível observar os diagramas de caixa obtidos, onde se pode observar que os diagramas dos ensaios realizados estão praticamente ao mesmo nível e o diagrama de caixa da referência encontra-se abaixo dos restantes, mas com o valor do extremo superior muito elevado, tal como seria de esperar após de ter observado os dados presentes na tabela 3.14.

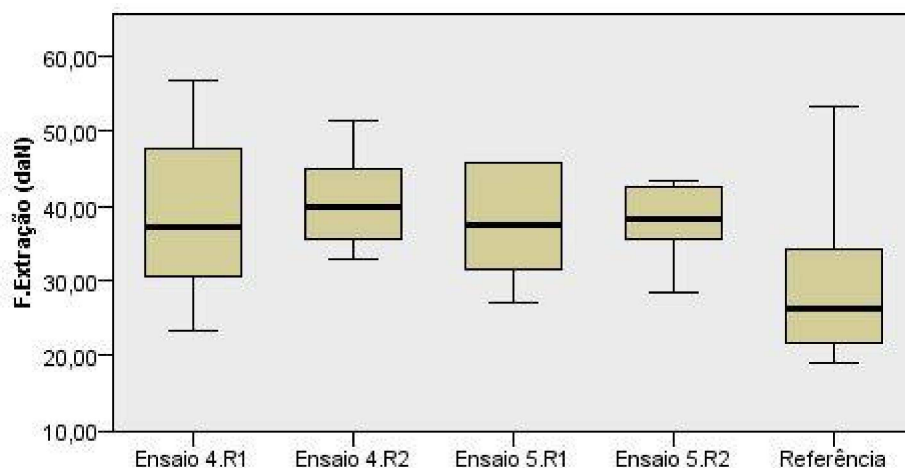


Figura 3.13: Diagramas de caixa obtidos com os dados das forças de extração obtidos ao fim de 8 dias em garrafa a 37°C.

Comparando os resultados das forças de extração obtidos entre os ensaios realizados através do teste de Kruskal-Wallis, os ensaios são semelhantes entre si e também com a referência.

#### 3.3.2.3.2. Migração

Como é possível observar na tabela 3.15, os valores médios de migração são superiores aos valores obtidos à temperatura ambiente e a baixas temperaturas. Estes valores são significativos nas rolhas tratadas com cera de abelha. As altas temperaturas poderão favorecer a migração de vinho nas rolhas tratadas com cera de abelha.

Tabela 3.15: Valores de migração obtidos ao fim de 8 dias em garrafa a 37°C.

Migração do Ensaio nº	4.R1	4.R2	5.R1	5.R2	Referência
Média (mm)	10,5	5,0	16,0	10,5	2,0
D. Padrão (mm)	9,5	11,6	11,5	5,3	4,9
Máximo (mm)	24,0	29,0	35,0	21,0	14,0
Mínimo (mm)	0,0	0,0	0,0	4,0	0,0

Não se conseguiu realizar a análise estatística dos resultados obtidos devido a um erro do programa.

### 3.3.2.3.3. Absorção

Como é possível observar na tabela 3.16, os valores médios de absorção obtidos nas rolhas tratadas com cera de abelha são superiores ao valor médio obtido das rolhas de referência, ao contrário do que tinha acontecido nos testes à temperatura ambiente e a baixas temperaturas. Os valores de absorção obtidos são superiores aos valores obtidos a outras temperaturas, mesmo nas rolhas de referência, apesar de neste caso o aumento de absorção não foi tão significativo.

Elevadas temperaturas poderão favorecer a absorção de vinho por parte das rolhas.

Tabela 3.16: Valores de absorção obtidos ao fim de 8 dias em garrafa a 37°C.

Absorção do ensaio nº	4.R1	4.R2	5.R1	5.R2	Referência
Média (%)	2,52	3,06	2,59	3,38	2,49
D. Padrão (%)	3,54	1,59	1,62	1,17	0,71
Máximo (%)	13,09	6,73	7,03	5,01	3,69
Mínimo (%)	1,69	1,64	1,43	1,40	1,42

Na figura 3.14 é possível observar os diagramas de caixa obtidos.

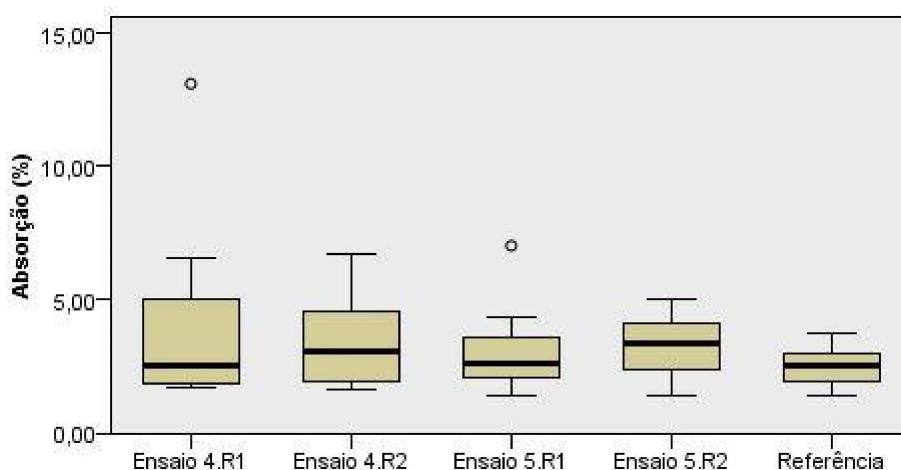


Figura 3.14: Diagramas de caixa obtidos com os dados das forças de extração obtidos ao fim de 8 dias em garrafa a 37°C.

Comparando os resultados obtidos entre os ensaios realizados através do teste de Kruskal-Wallis, os ensaios são semelhantes entre si e também com a referência.

### 3.3.2.4. Comparação dos resultados obtidos às diferentes temperaturas

#### 3.3.2.4.1. Forças de extração

Na tabela 3.17 encontram-se presentes os dados das forças de extração às diferentes temperaturas, onde ao se observar a tabela pode-se ter uma melhor noção da influencia da temperatura sobre as forças de extração

Tabela 3.17: Valores das forças de extração a diferentes temperaturas

Temperatura	F.E. do Ensaio nº	4.R1	4.R2	5.R1	5.R2	Referência
Ambiente	Média (daN)	35,3	47,4	32,9	32,3	29,9
	D. Padrão (daN)	6,8	6,9	6,5	5,6	8,8
	Máximo (daN)	46,5	51,6	42,4	44,4	48,7
	Mínimo (daN)	23,9	30,2	22,9	24,6	19,7
1°C	Média (daN)	34,6	43,8	30,3	32,9	30,3
	D. Padrão (daN)	3,1	6,0	4,7	3,4	3,5
	Máximo (daN)	40,1	56,8	43,7	38,0	35,7
	Mínimo (daN)	31,2	38,1	27,7	27,5	23,7
37°C	Média (daN)	37,3	40,1	37,6	38,2	26,4
	D. Padrão (daN)	11,4	6,0	7,1	4,0	12,1
	Máximo (daN)	56,7	51,5	45,8	43,3	53,2
	Mínimo (daN)	23,3	32,9	27,0	28,4	19,0

Comparando as médias obtidas dos ensaios à temperatura ambiente com as médias obtidas a 1°C, os resultados obtidos são semelhantes, tanto nas rolhas tratadas com a cera de abelha como nas rolhas com o tratamento de referência. Os valores máximos e mínimos são também semelhantes.

Comparando as médias os resultados obtidos a 37°C com as médias dos restantes ensaios, à exceção da média do ensaio 4.R2, as médias das forças de extração aumentaram. A média da referência baixou ligeiramente em relação aos testes realizados à temperatura ambiente e a frio.

#### 3.3.2.4.2. Migração

Na tabela 3.18 encontram-se presentes os resultados referentes à migração de vinho às diferentes temperaturas, onde ao se observar a tabela pode-se ter uma melhor noção da influência da temperatura sobre as a migração de vinho.

Tabela 3.18: Valores de migração a diferentes temperaturas.

Temperatura	Migração do Ensaio nº	4.R1	4.R2	5.R1	5.R2	Referência
Ambiente	Média (mm)	0	0	0	0	0
	D. Padrão (mm)	2	7	7	0	3
	Máximo (mm)	5	22	22	0	8
	Mínimo (mm)	0	0	0	0	0
1°C	Média (mm)	0	0	0	0	0
	D. Padrão (mm)	0	0	0	0	1
	Máximo (mm)	0	0	0	0	3
	Mínimo (mm)	0	0	0	0	0
37°C	Média (mm)	11	5	16	11	2
	D. Padrão (mm)	10	12	12	5	5
	Máximo (mm)	24	29	35	21	14
	Mínimo (mm)	0	0	0	4	0

As médias obtidas à temperatura ambiente são iguais às obtidas a 1°C, contudo a baixas temperaturas não se registou migração de vinho em qualquer uma das rolhas tratadas com a cera de abelha.

As médias de migração de vinho nos ensaios realizadas são muito elevadas comparativamente com as médias a outras temperaturas. Pode-se dizer que elevadas temperaturas poderão favorecer a migração de vinho por parte das rolhas

#### 3.3.2.4.3. Absorção

Na tabela 3.19 encontram-se presentes os resultados quanto à absorção de vinho às diferentes temperaturas, onde ao se observar a tabela pode-se ter uma melhor noção da influencia da temperatura sobre as a absorção de vinho.

Tabela 3.19: Valores de absorção a diferentes temperaturas

Temperatura	Absorção do Ensaio nº	4.R1	4.R2	5.R1	5.R2	Referência
Ambiente	Média (%)	1,81	1,42	1,63	1,24	2,09
	D. Padrão (%)	3,68	0,48	0,46	0,46	0,96
	Máximo (%)	13,39	2,20	2,41	1,83	3,68
	Mínimo (%)	1,26	0,66	0,81	0,59	0,80
1°C	Média (%)	1,51	0,81	1,14	1,27	2,18
	D. Padrão (%)	0,81	0,50	0,55	0,41	0,83
	Máximo (%)	3,77	1,75	2,41	2,11	4,05
	Mínimo (%)	0,91	0,29	0,60	0,56	1,38
37°C	Média (%)	2,52	3,06	2,59	3,38	2,49
	D. Padrão (%)	3,54	1,59	1,62	1,17	0,71
	Máximo (%)	13,09	6,73	7,03	5,01	3,69
	Mínimo (%)	1,69	1,64	1,43	1,40	1,42

As médias obtidas a 1°C são, à exceção dos ensaios 5.R2 e da Referência, são mais baixas do que as médias obtidas às restantes temperaturas. A média a 1°C do ensaio 5.R2 é

semelhante à média obtida à temperatura ambiente e a média da referência é superior à média obtida à temperatura ambiente.

As médias obtidas à temperatura de 37°C são superiores às médias obtidas as outras temperaturas.

### 3.3.3. Capilaridade

Nos ensaios de capilaridade usaram-se 10 rolhas de cada ensaio e 10 rolhas de referência.

Como se pode observar na tabela 3.20, os valores referentes à capilaridade são muito bons, mesmo até comparativamente com a referência. O valor médio da progressão capilar difere apenas no ensaio 4.R1, que apresenta o valor médio de 1 mm, valor este que não é significativo.

Tabela 3.20: Resumo dos valores obtidos no teste de capilaridade.

	Capilaridade Ensaio 4.R1 (mm)	Capilaridade Ensaio 4.R2 (mm)	Capilaridade Ensaio 5.R1 (mm)	Capilaridade Ensaio 5.R2 (mm)	Capilaridade Referência (mm)
Média	1	0	0	0	0
D. Padrão	0	0	0,3	0,5	1
Máximo	3	0	1	1	3
Mínimo	0	0	0	0	0

### 3.4. Terceira série de ensaios

A aplicação da cera de abelha por pulverização não foi um processo fácil em alguns ensaios. O equipamento chegou a entupir durante a aplicação, tal como ocorreu nos ensaios 3 e 3.R1. e o equipamento chegou mesmo a estar entupido noutras situações, levando ao adiamento de alguns dos ensaios. A quantidade de cera de abelha pulverizada dificilmente foi a pedida durante a programação do equipamento de pulverização e fusão do produto, apesar da diferença entre a quantidade pedida e a pulverizada não ser muito significativa, tendo variado, no máximo, em 2 gramas por 1000 rolhas.

Decidiu-se realizar mais 5 ensaios de tratamento de superfície com cera de abelha seguindo a metodologia do ensaio 4 de forma a se obter mais dados quanto à aplicação do produto por pulverização.

As massas aplicadas em cada ensaio foram diferentes, à exceção dos ensaios 9 e 10, mas as diferenças entre a quantidade efetivamente pulverizada e a quantidade pedida não foi significativa. Segue-se a ordem dos ensaios em ordem crescente de massa aplicada: Ensaio 6, Ensaios 9 e 10, Ensaio 7, Ensaio 8.

1000 rolhas foram tratadas com o tratamento de referência nas instalações da Amorim Distribuição para depois se comparar as rolhas dos ensaios realizados com estas.

Realizaram-se com estas rolhas testes para se determinar forças de extração, migração e absorção ao fim de 8 dias. Realizaram-se também testes de capilaridade, determinação de teor de pó libertado e vedação.

#### 3.4.1. Extração ao fim de 8 dias

Engarrafaram-se 30 rolhas de cada ensaio realizado na segunda série de ensaios e 30 rolhas com o tratamento de referência para estudar o seu comportamento a diferentes temperaturas.

Como os ensaios realizados, apesar de terem ocorrido diferenças de massa aplicada, terem seguido a mesma metodologia, decidiu-se também comparar os resultados com a média de todos os valores em conjunto, bem como os valores máximo, mínimo e desvio padrão (R. Ensaios e R. Ref.)

Os resultados obtidos para cada rolha estão disponíveis no anexo, bem como os resultados obtidos no teste de Kruskal-Wallis na comparação dos resultados.

#### 3.4.1.1. Temperatura ambiente

##### 3.4.1.1.1. Forças de extração

Como é possível observar na tabela 3.21, as médias das forças de extração dos ensaios realizados são semelhantes, à exceção da média do ensaio 6, que é superior às restantes. As médias das forças de extração obtidos com as rolhas de referência são semelhantes entre si. Apesar de no ensaio 8 se ter aplicado uma maior quantidade (não significativa), de cera de abelha do que nos ensaios restantes, o valor médio deste ensaio consegue ser inferior ao valor médio do ensaio 9.

Tabela 3.21: Resumo dos valores das forças de extração obtidos ao fim de 8 dias em garrafa à temperatura ambiente

F.E. do Ensaio nº	6	7	8	9	10	R. Ensaios	Ref. 1	Ref. 2	Ref. 3	Ref. 4	Ref. 5	R. Ref.
Média (daN)	37,7	32,8	29,0	29,2	28,4	30,8	24,5	22,8	27,1	24,3	26,0	25,2
D. Padrão (daN)	7,9	3,4	7,3	5,5	4,3	6,9	3,5	3,2	5,1	2,5	4,1	3,9
Máximo (daN)	52,1	36,8	39,8	37,3	35,9	52,1	29,0	29,5	34,6	30,1	30,9	34,6
Mínimo (daN)	23,5	24,4	19,2	21,0	21,8	19,2	17,9	20,5	20,4	21,0	19,7	17,9

Os valores médios das forças de extração dos ensaios realizados são superiores aos valores de referência, sendo que, comparando com os valores de referência 3 e 5, os valores médios obtidos com as rolhas dos ensaios 7 a 10 são muito próximos.

Os valores mínimos obtidos são semelhantes, ao contrário dos valores máximos, onde se registaram valores superiores nas rolhas tratadas com a cera de abelha. Ao contrário do que

aconteceu nos outros ensaios, verificou-se que o valor da força de extração de uma das rolhas do ensaio 6 foi de 52,1, tendo ficado assim acima do limite de 45 daN.

Observa-se que, no geral, que os valores do desvio padrão das rolhas tratadas com a cera de abelha são superiores aos obtidos com as rolhas com o tratamento de referência.

Comparando com a média de todos os resultados obtidos, as médias dos ensaios 7, 8, 9 e 10 são semelhantes, tal como se sucede ao se comparar as médias das rolhas de referencia com a média de todos os resultados. Comparando a média dos ensaios com a média das referências, a média dos ensaios é superior em aproximadamente 5 daN.

Na figura 3.15 é possível observar os diagramas de caixa obtidos, onde se pode constatar que os resultados do ensaio 7 estão próximos da mediana e o valor do quartil extremo superior e o valor do quartil extremo inferior do ensaio 6 estão muito afastados.

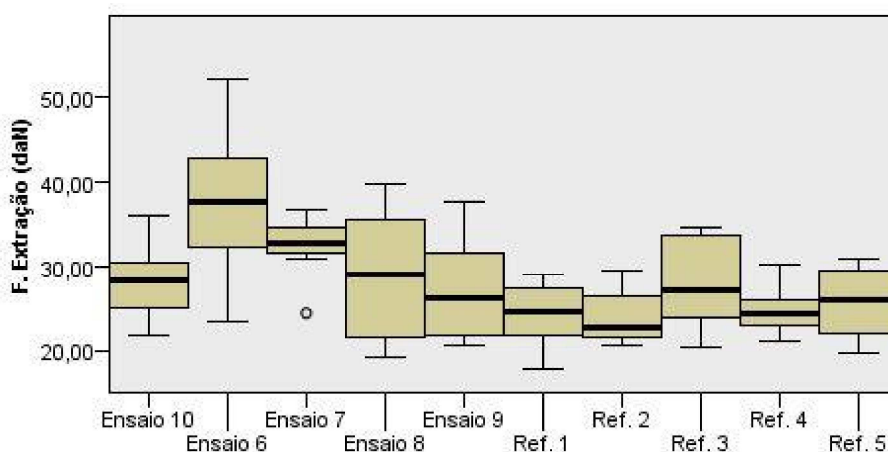


Figura 3.15: Diagramas de caixa obtidos com os dados das forças de extração.

Na realização da análise estatística, os resultados obtidos com as rolhas tratadas com a cera de abelha são semelhantes entre si, apesar de a média do ensaio 6 ser superior aos restantes ensaios e dos valores máximo e mínimo estarem muito afastados, tal como já tinha sido referido. Os resultados das forças de extração obtidos com as rolhas de referência são semelhantes entre si.

Comparando os resultados dos ensaios com as rolhas de referência, os resultados dos ensaios 6 e 7 são diferentes dos resultados das rolhas das referências 1 e 2. Os resultados do ensaio 6 também não são semelhantes com os da referência 4. Os restantes resultados são semelhantes entre si.



### 3.4.1.1.2. Migração

Como é possível observar na tabela 3.22, os valores médios de migração de vinho são elevados em todos os ensaios, o que não seria de esperar ao se observar os resultados de migração à temperatura ambiente dos ensaios realizados anteriormente. As médias das rolhas com tratamento de referência são também elevados. Estes valores podem-se dever aos produtos aplicados, a defeitos no lote das rolhas usadas ou a algum problema nas garrafas, apesar de terem sido as mesmas que foram usadas anteriormente. Os valores médios de migração dos ensaios 4 e 5 (5mm) são iguais e muito inferiores aos restantes valores.

Tabela 3.22: Resumo dos valores de migração obtidos ao fim de 8 dias em garrafa à temperatura ambiente.

Migração do Ensaio nº	6	7	8	9	10	R. Ensaios	Ref. 1	Ref. 2	Ref. 3	Ref. 4	Ref 5	R. Ref
Média (mm)	14	18	21	27	26	18	25	15	23	5	5	14
D. Padrão (mm)	12	12	10	11	10	11	13	14	11	13	11	13
Máximo (mm)	27	31	29	32	32	32	33	39	29	34	27	39
Mínimo (mm)	0	0	6	3	0	0	0	0	0	0	0	0

O valor máximo registado pertence à referência 2, tendo sido de 39 mm.

Os desvios padrão de todas as amostras são elevados.

A média de todos resultados de migração obtidos nas rolhas tratadas com a cera de abelha é também elevada (18 mm), sendo esta média superior à do ensaio 6 igual à do ensaio 7. A média de todos os resultados obtidos com as rolhas de referência (14mm) é inferior à média dos ensaios em 4 mm, mas continua a ser elevada. Esta média é superior às das referências 4 e 5.

Na figura 3.16 é possível observar os diagramas de caixa obtido no programa IMB SPSS Statistics na realização do teste de Kruskal-Wallis, onde é possível constatar que existe uma grande variedade entre os resultados obtidos, tal como os desvios padrão já traduziam.

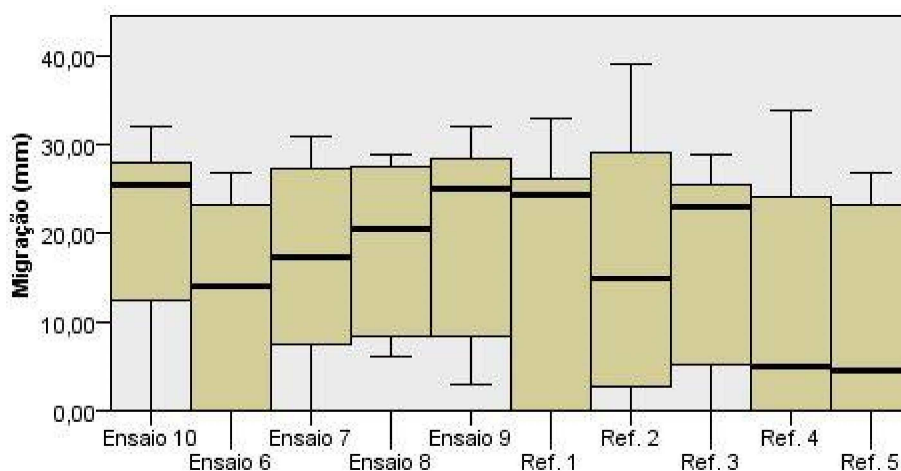


Figura 3.16: Diagramas de caixa obtidos com os dados de migração.

Comparando os resultados obtidos entre os ensaios realizados através do teste de Kruskal-Wallis, todos os resultados obtidos são semelhantes entre si.

#### 3.4.1.1.3. Absorção

Tal como é possível observar na tabela 3.23, os valores médios de absorção nos ensaios realizados são baixos e semelhantes e si, sendo que o valor médio mais baixo pertence ao ensaio 6 (2,85%) e o valor mais alto pertence ao ensaio 9 (4,45%). Comparativamente com os valores médios de referência, os valores médios são também semelhantes.

Tabela 3.23: Resumo dos valores de absorção obtidos ao fim de 8 dias em garrafa à temperatura ambiente.

Absorção do ensaio nº	6	7	8	9	10	R. Ensaios	Ref. 1	Ref. 2	Ref. 3	Ref. 4	Ref. 5	R. Ref.
Média (%)	2,85	3,25	4,54	4,45	3,87	4,47	4,46	4,33	5,80	3,09	3,53	4,75
D. Padrão (%)	3,35	4,11	2,45	1,67	1,95	2,77	1,80	3,89	2,21	3,36	1,35	2,67
Máximo (%)	12,68	15,72	10,53	8,19	8,33	15,72	7,09	13,02	10,32	13,13	6,78	13,13
Mínimo (%)	1,06	2,01	2,38	2,01	1,67	1,06	1,53	1,93	2,26	1,13	2,49	1,13

Os valores máximos e mínimos obtidos são também semelhantes entre todas as amostras.

A média de absorção de todas as rolhas tratadas com cera de abelha é de 4,47 %, valor que é semelhante à média de absorção de todas as rolhas de referência (4,75%).

Na figura 3.17 é possível observar os diagramas de caixa obtidos.

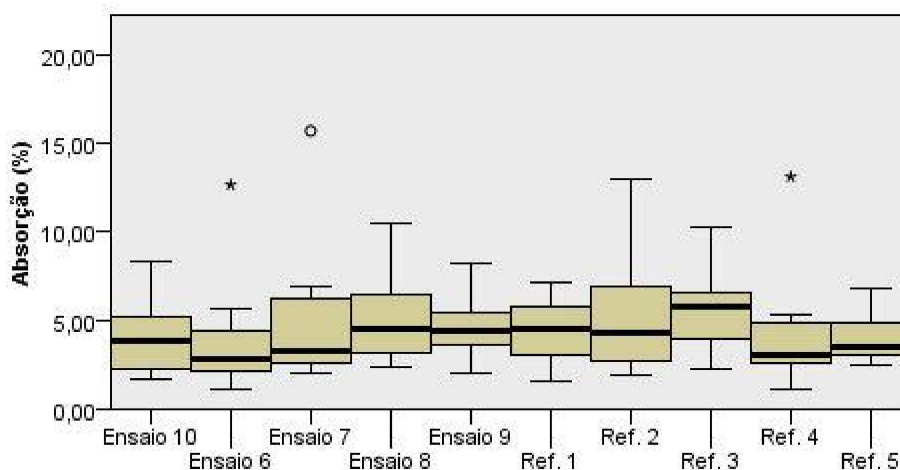


Figura 3.17: Diagramas de caixa obtidos com os dados de absorção.

Comparando os resultados obtidos entre os ensaios realizados através do teste de Kruskal-Wallis, todos os resultados obtidos são semelhantes entre si.

### 3.4.1.2. 1°C

#### 3.4.1.2.1. Forças de extração

Ao se observar os dados presentes na tabela 3.24 é possível observar que as médias obtidas nos diferentes ensaios são, no geral, diferentes entre si, ao contrário do que acontece entre as médias obtidas com as rolhas com o tratamento de referência. A média das forças extração do ensaio 6 é, também nestas condições, superior às restantes.

Tabela 3.24: Resumo dos valores das forças de extração obtidos ao fim de 8 dias em garrafa a 1°C.

F.E. do Ensaio nº	6	7	8	9	10	R. Ensaios	Ref. 1	Ref. 2	Ref. 3	Ref. 4	Ref 5	R. Ref.
Média (daN)	41,1	37,5	27,6	35,2	31,5	34,2	29,0	30,5	28,5	29,5	30,0	30,3
D. Padrão (daN)	6,4	7,6	6,2	3,6	5,0	7,3	3,3	3,7	5,3	8,7	4,0	5,4
Máximo (daN)	51,0	50,0	40,5	38,3	38,4	51,0	35,1	33,6	40,4	52,8	35,4	52,8
Mínimo (daN)	31,2	24,1	17,9	28,0	25,0	17,9	26,6	23,0	23,1	25,5	23,9	23,0

À exceção da média do ensaio 8, as médias dos ensaios são superiores às médias obtidas com as rolhas com o tratamento de referência. No geral, os valores do desvio padrão são inferiores nas rolhas de referência.

À exceção da média do ensaio 8, todas as médias aumentaram comparativamente com os resultados obtidos à temperatura ambiente, mas estes valores encontram-se dentro da gama estipulada. O aumento das médias das forças de extração ao fim de uma semana com garrafas a baixas temperaturas comparativamente com garrafas que estiveram à temperatura ambiente já tinha sido observado anteriormente.

A média de todos os resultados obtidos com as rolhas tratadas com a cera de abelha é semelhante às médias dos ensaios 7, 9 e 10. A média do ensaio 6 é mais elevada que a média de todos os resultados e a média o ensaio 8 é mais baixa. A média de todos os resultados obtidos com as rolhas de referência é semelhante às médias de todos os grupos de rolhas de referência e é mais baixa que a média de todos os resultados obtidos com as rolhas tratadas com a cera de abelha em aproximadamente 5 daN.

Na figura 3.18 é possível observar uma maior dispersão dos resultados entre os ensaios realizados comparativamente com as rolhas de referência, apesar de o valor do extremo superior do ensaio 4 ser o mais elevado entre todos os dados analisados nestas condições.

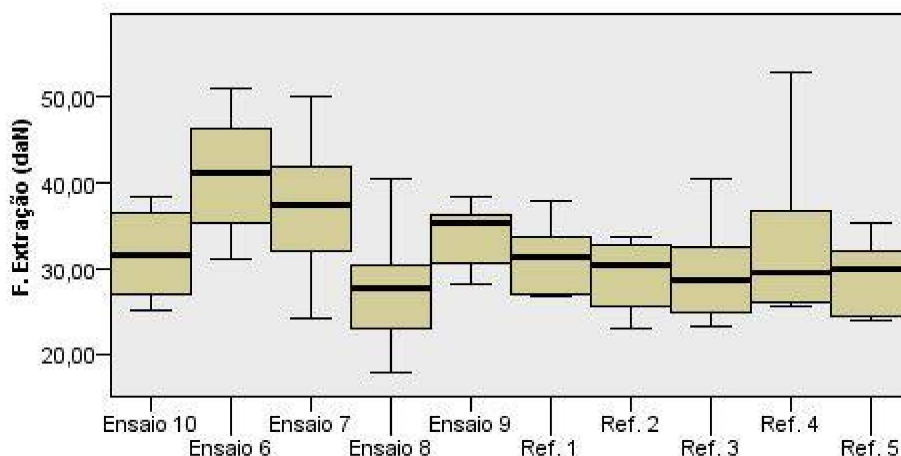


Figura 3.18: Diagramas de caixa obtidos com os dados das forças de extração.

Na realização da análise estatística, os resultados obtidos com as rolhas tratadas com a cera de abelha apresentam diferenças estatisticamente significativas apenas entre os 6 e 8. A média do ensaio 6 (41,1 daN) é a mais elevada dos ensaios analisados enquanto a média do ensaio 8 (27,6 daN) é a mais baixa. Os dados obtidos com as rolhas de referência são semelhantes entre si.

Comparando os resultados das rolhas tratadas com a cera de abelha com os das rolhas com o tratamento de referência, os resultados do ensaio 6 não são semelhantes com os resultados das referências 2, 3 e 5. Os restantes resultados são semelhantes entre si.

#### 3.4.1.2.2. Migração

Na tabela 3.25 está presente o resumo dos valores de migração obtidos ao fim de 8 dias em garrafa nas condições já referidas. Tal como é possível observar, as médias dos ensaios 8, 9 e 10 são semelhantes. As médias dos ensaios 6 e 7 são semelhantes entre si, mas mais baixas que as dos outros ensaios. Nas rolhas com o tratamento de referência, à exceção da média da referência 4, as médias são iguais entre si e iguais a 0.

Tabela 3.25: Resumo dos valores de migração obtidos ao fim de 8 dias em garrafa a 1°C.

Migração do Ensaio nº	6	7	8	9	10	R. Ensaios	Ref. 1	Ref. 2	Ref. 3	Ref. 4	Ref 5	R. Ref.
Média (mm)	0	1	6	5	5	6	0	0	0	7	0	3
D. Padrão (mm)	5	8	9	11	5	8	4	2	4	6	4	5
Máximo (mm)	16	25	29	29	14	29	10	7	40	16	10	16
Mínimo (mm)	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0

As médias de migração são, no geral, superiores nas rolhas tratadas com a cera de abelha comparativamente com as rolhas com o tratamento de referência. Os valores máximos e mínimos são semelhantes, tal como os valores do desvio padrão.

Comparativamente com as médias obtidas à temperatura ambiente, as médias da migração a baixas temperaturas são muito inferiores em todos os casos.

A média de todos os resultados obtidos com as rolhas tratadas com a cera de abelha é semelhante às médias dos ensaios 8, 9 e 10. As médias dos ensaios 6 e 7 são mais baixas e pouco significativas. A média de todos os resultados obtidos com as rolhas de referência é inferior à média dos resultados das rolhas de referência 4, mas superior às médias dos restantes ensaios; enquanto que a média de todos os resultados é de 3 mm, as médias das referências 1, 2, 3 e 5 são iguais a 0. A média A média de todos os resultados obtidos com as rolhas tratadas com a cera de abelha é o dobro da média de todos os resultados obtidos com as rolhas de referência.

Não se conseguiu realizar o teste de Kruskal-Wallis com os resultados obtidos devido a um erro do programa após várias tentativas.

#### 3.4.1.2.3. Absorção

Ao se observar a tabela 3.26 é possível constatar que as médias de absorção dos diferentes ensaios realizados são semelhantes. Nas rolhas com o tratamento de referência, à exceção da referência 1, que apresenta uma média mais baixa, as médias são semelhantes.

Tabela 3.26: Resumo dos valores de absorção obtidos ao fim de 8 dias em garrafa a 1°C.

Absorção do ensaio nº	6	7	8	9	10	R. Ensaios	Ref. 1	Ref. 2	Ref. 3	Ref. 4	Ref. 5	R. Ref.
Média (%)	1,39	1,70	1,06	1,06	1,66	1,72	1,06	2,05	2,13	2,62	2,57	2,43
D. Padrão (%)	0,85	1,47	0,97	0,97	0,27	0,99	0,60	0,79	1,44	3,10	0,73	1,75
Máximo (%)	2,74	5,57	3,61	3,61	2,12	5,57	2,24	2,88	4,72	11,85	4,16	11,85
Mínimo (%)	0,31	0,59	0,60	0,60	1,17	0,31	0,34	0,28	1,13	0,61	1,86	0,28

No geral, as médias obtidas nos diferentes ensaios são mais baixas que as médias das referências.

Todas as médias obtidas nestas condições são mais baixas comparativamente com as médias obtidas à temperatura ambiente. Já tinha sido observado anteriormente a menor absorção de vinho por parte das rolhas ao fim de uma semana a baixas temperaturas comparativamente com garrafas que estiveram à temperatura ambiente.

A média de todos os resultados obtidos com as rolhas tratadas com a cera de abelha é semelhante com as médias de todos os ensaios. A média de todos os resultados obtidos com as rolhas de referência é superior à media dos resultados da referência 1, mas semelhante às restantes. A média das rolhas tratadas com a cera de abelha é inferior à das rolhas de referência.

Na figura 3.19 é possível observar os diagramas de caixa, onde se verifica um pior comportamento por parte das rolhas com tratamento de referência.

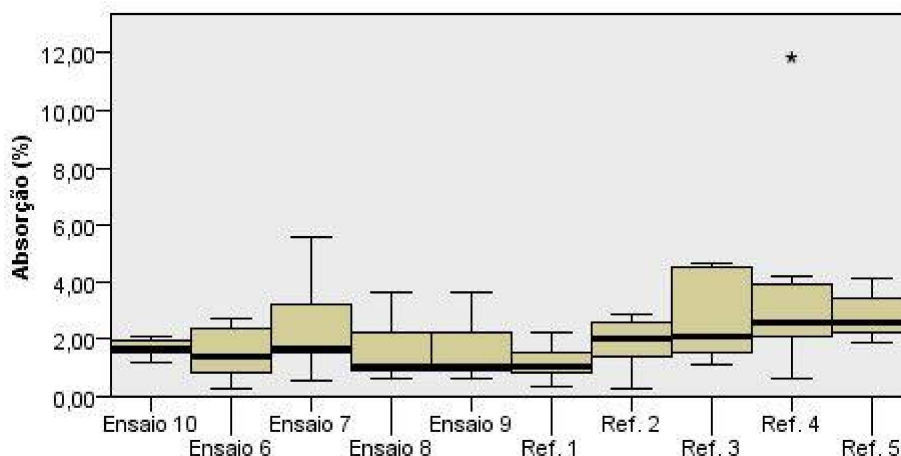


Figura 3.19: Diagramas de caixa obtidos com os dados de absorção.

Na realização da análise estatística, os resultados obtidos nos ensaios realizados são semelhantes entre si, ao contrário do que acontece com os resultados das referências, onde a referencia 1 apresenta diferenças com as referências 4 e 5.

Apesar das médias de absorção das rolhas tratadas com cera de abelha serem, no geral, inferiores às médias das rolhas com o tratamento de referência, não existem diferenças entre os resultados obtidos, logo as diferenças registadas não são significativas.

### 3.4.1.3. 37°C

#### 3.4.1.3.1. Forças de extração

Tal como é possível observar na tabela 3.27, as médias das forças de extração são semelhantes. Os valores obtidos são inferiores aos obtidos nas condições anteriores, e os valores mínimos são mesmo inferiores a 15 daN.

Tabela 3.27: Resumo dos valores das forças de extração obtidos ao fim de 8 dias em garrafa a 37°C.

F.E. do Ensaio nº	6	7	8	9	10	R. Ensaios	Ref.	Ref. 2	Ref. 3	Ref. 4	Ref 5	R. Ref.
Média (daN)	16,8	18,5	12,6	18,4	17,4	17,1	15,7	21,4	17,6	17,3	18,8	18,8
D. Padrão (daN)	3,5	5,0	2,4	5,0	4,6	4,6	5,1	5,9	7,5	4,5	3,9	5,8
Máximo (daN)	23,0	26,0	16,3	26,1	23,2	26,1	24,3	31,6	30,5	25,5	24,7	31,6
Mínimo (daN)	11,3	12,0	9,7	11,4	10,6	9,7	8,6	13,4	8,4	11,6	13,6	8,4

Os valores médios das forças de extração são mais baixos em relação aos testes realizados à temperatura ambiente e a frio, tal como já tinha acontecido na segunda série de ensaios, mas essa diferença não tida sido tão significativa como nestes casos.

A média de todos os resultados obtidos com as rolhas tratadas com a cera de abelha é semelhante com as médias de todos os ensaios, bem como se sucede com a referência.

Na figura 3.20 é possível observar os diagramas de caixa obtidos, onde é possível observar, tal como também esta presente na tabela 5.25, que os valores dos extremos do ensaio 8 estão mais aproximados em comparação com os restantes grupos de ensaios.

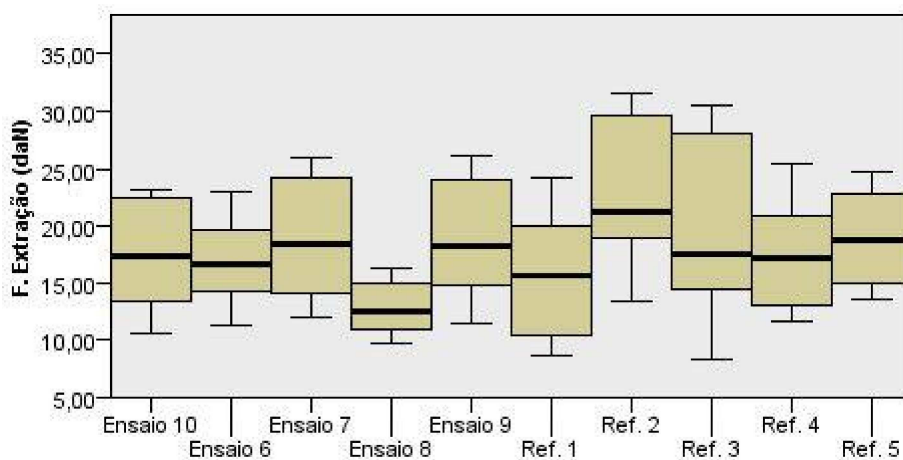


Figura 3.20: Diagramas de caixa obtidos com os dados das forças de extração.

Na realização da análise estatística, os resultados das forças de extração obtidos nos diferentes ensaios são semelhantes entre si, tal como os resultados de referência.

Comparando os resultados obtidos com as rolhas tratadas com a cera de abelha com os resultados obtidos com as rolhas tratadas com o tratamento de referência, os resultados obtidos no ensaio 8 não são semelhantes com os resultados da referência 2. Os restantes resultados são semelhantes entre si.

#### 3.4.1.3.2. Migração

Tal como é possível observar na tabela 3.28, as médias de migração observadas são muito elevadas, tanto nas rolhas tratadas com a cera de abelha como nas rolhas com o tratamento de referência. Os valores máximo e mínimo obtidos são semelhantes em todos os casos, tal como as médias, apesar de as médias dos ensaios 7, 8, 9 e 10 terem atingido o valor máximo que seria possível, 45 mm, pois este é o comprimento das rolhas usadas.

Tabela 3.28: Resumo dos valores de migração obtidos ao fim de 8 dias em garrafa a 37°C.

Migração do Ensaio nº	6	7	8	9	10	R. Ensaios	Ref. 1	Ref. 2	Ref. 3	Ref. 4	Ref 5	R. Ref.
Média (mm)	44	45	45	45	45	43	43	42	43	44	43	40
D. Padrão (mm)	3	4	3	3	2	3	7	6	7	6	4	6
Máximo (mm)	45	45	45	45	45	45	45	45	45	45	45	45
Mínimo (mm)	36	33	38	38	39	33	25	31	27	27	34	25

Já tinha sido observado anteriormente, nos testes realizados com as rolhas da segunda série de ensaios, que as médias de migração a 37°C foram superiores às médias de migração nas outras condições, mas esses valores não são em nada semelhantes aos obtidos agora, quer



com as rolhas tratadas com a cera de abelha, quer com as rolhas com o tratamento de referência, onde a migração foi quase insignificativa. Estes valores podem-se dever aos produtos aplicados, a defeitos no lote das rolhas usadas ou a algum problema nas garrafas, apesar de terem sido as mesmas que foram usadas anteriormente. Pose-se concluir, contudo, que as elevadas temperaturas levam a uma maior migração de vinho.

Tanto a média de todos os resultados obtidos com as rolhas tratadas com a cera de abelha como a média dos resultados obtidos com as rolhas de referência são inferiores às médias dos grupos de valores que lhes deram origem, contudo estes valores são semelhantes e são muito elevados.

Na figura 3.21 é possível observar os diagramas de caixa obtidos.

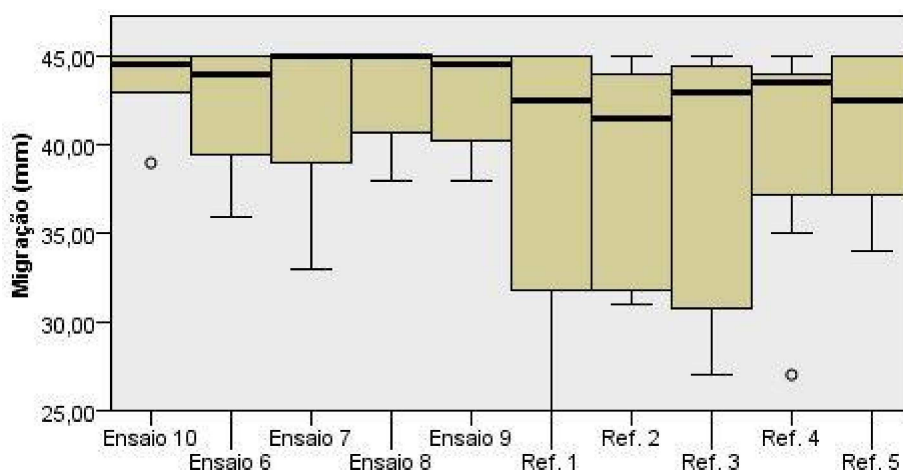


Figura 3.21: Diagramas de caixa obtidos com os dados de migração.

Comparando os resultados obtidos entre os ensaios realizados através do teste de Kruskal-Wallis, todos os resultados são semelhantes entre si.

#### 3.4.1.3.3. Absorção

Tal como é possível observar na tabela 3.29, as médias de absorção são muito elevadas, mas semelhantes. Estes valores são superiores aos obtidos nas outras condições e aos obtidos nas mesmas condições nos testes realizados com as rolhas da segunda série de ensaios. Estes valores podem-se dever aos produtos aplicados, a defeitos no lote das rolhas usadas ou a algum problema nas garrafas, apesar de terem sido as mesmas que foram usadas anteriormente.



Tabela 3.29: Resumo dos valores de absorção obtidos ao fim de 8 dias em garrafa a 37°C.

Absorção ensaio nº	6	7	8	9	10	R. Ensaios	Ref. 1	Ref. 2	Ref. 3	Ref. 4	Ref 5	R. Ref.
Média (%)	29,43	29,34	25,47	24,52	28,91	28,38	24,20	25,02	24,46	28,78	29,52	28,23
D. Padrão (%)	7,35	5,12	8,89	11,77	5,05	8,01	6,77	3,60	13,41	4,87	20,62	11,80
Máximo (%)	43,42	38,71	38,92	52,84	39,19	52,84	38,49	30,05	51,85	35,67	89,33	89,33
Mínimo (%)	22,70	23,71	4,84	6,92	20,52	4,84	19,41	17,72	3,13	22,97	20,30	3,13

As elevadas temperaturas fazem com que ocorra maior absorção de vinho por parte das rolhas.

A média de todos os resultados obtidos com as rolhas tratadas com a cera de abelha é semelhante com as médias dos ensaios, tal como se sucede com a média obtida com as rolhas de referência. As duas médias gerais obtidas são semelhantes.

Na figura 3.22 é possível observar os diagramas de caixa obtidos.

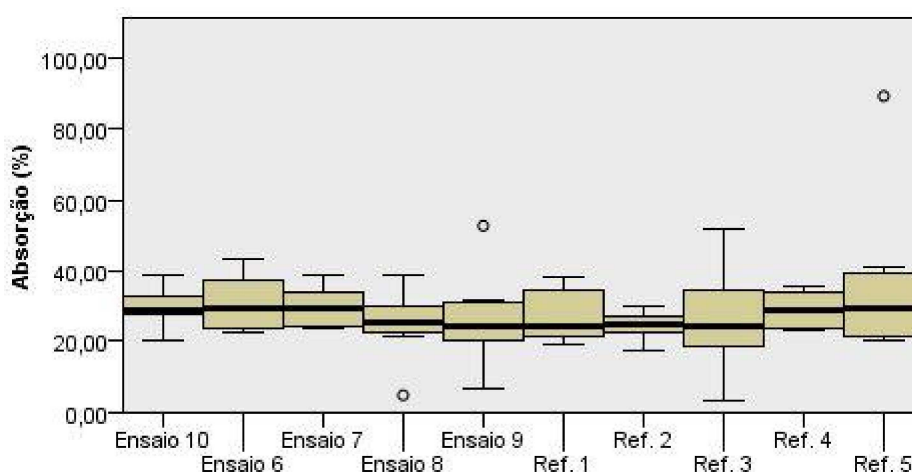


Figura 3.22: Diagramas de caixa obtidos com os dados de absorção.

Comparando os resultados obtidos entre os ensaios realizados através do teste de Kruskal-Wallis, todos os resultados são semelhantes entre si.

#### 3.4.1.4. Comparação dos resultados obtidos às diferentes temperaturas

##### 3.4.1.4.1. Forças de extração

Na tabela 3.30 encontram-se presentes os dados das forças de extração às diferentes temperaturas, onde ao se observar a tabela pode-se ter uma melhor noção da influencia da temperatura sobre as forças de extração.

Tabela 3.30: Valores das forças de extração a diferentes temperaturas

Temperatura	F.E. do Ensaio nº	6	7	8	9	10	R. Ensaio	Ref. 1	Ref. 2	Ref. 3	Ref. 4	R. Ref.
Ambiente	Média (daN)	37,7	32,8	29,0	29,2	28,4	30,8	24,5	22,8	27,1	24,3	26,0
	D. Padrão (daN)	7,9	3,4	7,3	5,5	4,3	6,9	3,5	3,2	5,1	2,5	4,1
	Máximo (daN)	52,1	36,8	39,8	37,3	35,9	52,1	29,0	29,5	34,6	30,1	30,9
	Mínimo (daN)	23,5	24,4	19,2	21,0	21,8	19,2	17,9	20,5	20,4	21,0	19,7
1°C	Média (daN)	41,1	37,5	27,6	35,2	31,5	34,2	29,0	30,5	28,5	29,5	30,0
	D. Padrão (daN)	6,4	7,6	6,2	3,6	5,0	7,3	3,3	3,7	5,3	8,7	4,0
	Máximo (daN)	51,0	50,0	40,5	38,3	38,4	51,0	35,1	33,6	40,4	52,8	35,4
	Mínimo (daN)	31,2	24,1	17,9	28,0	25,0	17,9	26,6	23,0	23,1	25,5	23,9
37°C	Média (daN)	16,8	18,5	12,6	18,4	17,4	17,1	15,7	21,4	17,6	17,3	18,8
	D. Padrão (daN)	3,5	5,0	2,4	5,0	4,6	4,6	5,1	5,9	7,5	4,5	3,9
	Máximo (daN)	23,0	26,0	16,3	26,1	23,2	26,1	24,3	31,6	30,5	25,5	24,7
	Mínimo (daN)	11,3	12,0	9,7	11,4	10,6	9,7	8,6	13,4	8,4	11,6	13,6

À exceção da média do ensaio 8, as médias dos resultados obtidos a 1°C são superiores às médias dos resultados obtidos à temperatura ambiente. Na segunda série de ensaios as médias dos resultados obtidos a estas temperaturas foram semelhantes.

As médias das forças de extração dos diferentes ensaios e das referências à temperatura de 37°C são muito inferiores em comparação com as médias obtidas a outras temperaturas.

#### 3.4.1.4.2. Migração

Na tabela 3.31 encontram-se presentes os dados de migração às diferentes temperaturas, onde ao se observar a tabela pode-se ter uma melhor noção da influencia da temperatura sobre as forças de extração.

Tabela 3.31: Valores de migração a diferentes temperaturas.

Temperatura	Migração do Ensaio nº	6	7	8	9	10	R. Ensaio	Ref. 1	Ref. 2	Ref. 3	Ref. 4	Ref. 5	R. Ref
Ambiente	Média (mm)	14	18	21	27	26	18	25	15	23	5	5	14
	D. Padrão (mm)	12	12	10	11	10	11	13	14	11	13	11	13
	Máximo (mm)	27	31	29	32	32	32	33	39	29	34	27	39
	Mínimo (mm)	0	0	6	3	0	0	0	0	0	0	0	0
1°C	Média (mm)	0	1	6	5	5	6	0	0	0	7	0	3
	D. Padrão (mm)	5	8	9	11	5	8	4	2	4	6	4	5
	Máximo (mm)	16	25	29	29	14	29	10	7	40	16	10	16
	Mínimo (mm)	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
37°C	Média (mm)	44	45	45	45	45	43	43	42	43	44	43	40
	D. Padrão (mm)	3	4	3	3	2	3	7	6	7	6	4	6
	Máximo (mm)	45	45	45	45	45	45	45	45	45	45	45	45
	Mínimo (mm)	36	33	38	38	39	33	25	31	27	27	34	25

Como é possível constatar, quanto maior a temperatura, maior é a média de migração de vinho, à exceção da Ref. 4, onde a média da migração à temperatura ambiente é inferior à média de migração à temperatura de 1°C.

### 3.4.1.4.3. Absorção

Na tabela 3.32 encontram-se presentes os dados de migração às diferentes temperaturas, onde ao se observar a tabela pode-se ter uma melhor noção da influencia da temperatura sobre as forças de extração.

Tabela 3.32: Valores de absorção de vinho a diferentes temperaturas.

Temperatura	Absorção Ensaio n°	6	7	8	9	10	R. Ensaio	Ref. 1	Ref. 2	Ref. 3	Ref. 4	R. Ref.
T. Ambiente	Média (%)	2,85	3,25	4,54	4,45	3,87	4,47	4,46	4,33	5,80	3,09	3,53
	D. Padrão (%)	3,35	4,11	2,45	1,67	1,95	2,77	1,80	3,89	2,21	3,36	1,35
	Máximo (%)	12,68	15,72	10,53	8,19	8,33	15,72	7,09	13,02	10,32	13,13	6,78
	Mínimo (%)	1,06	2,01	2,38	2,01	1,67	1,06	1,53	1,93	2,26	1,13	2,49
1°C	Média (%)	1,39	1,70	1,06	1,06	1,66	1,72	1,06	2,05	2,13	2,62	2,57
	D. Padrão (%)	0,85	1,47	0,97	0,97	0,27	0,99	0,60	0,79	1,44	3,10	0,73
	Máximo (%)	2,74	5,57	3,61	3,61	2,12	5,57	2,24	2,88	4,72	11,85	4,16
	Mínimo (%)	0,31	0,59	0,60	0,60	1,17	0,31	0,34	0,28	1,13	0,61	1,86
37°C	Média (%)	29,43	29,34	25,47	24,52	28,91	28,38	24,20	25,02	24,46	28,78	29,52
	D. Padrão (%)	7,35	5,12	8,89	11,77	5,05	8,01	6,77	3,60	13,41	4,87	20,62
	Máximo (%)	43,42	38,71	38,92	52,84	39,19	52,84	38,49	30,05	51,85	35,67	89,33
	Mínimo (%)	22,70	23,71	4,84	6,92	20,52	4,84	19,41	17,72	3,13	22,97	20,30

Como é possível constatar, quanto maior a temperatura, maior é a média de absorção de vinho.

### 3.4.2. Capilaridade

No ensaio de capilaridade usaram-se 6 rolhas de cada grupo de rolhas.

Como se pode observar na tabela 3.33, os valores referentes à capilaridade são muito bons, mesmo até comparativamente com a referência. Estes valores contradizem os valores de migração obtidos, que foram mais elevados que o esperado, até mesmo nas rolhas de referência.

Tabela 3.33: Resumo dos valores obtidos no teste de capilaridade.

capilaridade do Ensaio n°	6	7	8	9	10	Ref. 1	Ref. 2	Ref. 3	Ref. 4	Ref. 5
Média (mm)	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
D. Padrão (mm)	1	1	0	0	0	0	0	0	0	0
Máximo (mm)	2	1	0	0	0	0	0	0	0	0
Mínimo (mm)	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0

### 3.4.3. Teor de pó libertado

O teste realizado para a determinação de pó libertado por rolha não serve para comparar tratamentos de superfície, pois o produto aplicado sobre as rolhas não interfere na libertação de pó libertado, contudo decidiu-se na mesma realizar este teste nas instalações da Amorim Distribuição.

Como é possível observar na tabela 3.34, as médias de teor de pó libertado por rolha são inferiores a 3 mg, tal como é exigido. Mesmo os valores máximos registados não atingiram o máximo estipulado.

Tabela 3.34: Resumo dos valores obtidos na determinação de pó libertado por rolha.

Teor de pó libertado do Ensaio nº	6	7	8	9	10	Ref. 1	Ref. 2	Ref. 3	Ref. 4	Ref. 5
Média (mg)	0,7	0,3	0,7	0,5	0,3	0,6	0,5	0,4	0,4	0,4
D. Padrão (mg)	0,1	0,2	0,1	0,2	0,4	0,2	0,0	0,1	0,1	0,1
Máximo (mg)	0,8	0,6	0,7	0,5	1,0	0,7	0,5	0,5	0,4	0,5
Mínimo (mg)	0,5	0,3	0,5	0,3	0,3	0,3	0,4	0,4	0,2	0,4
D. Padrão (mg)	0,1	0,2	0,1	0,2	0,4	0,2	0,0	0,1	0,1	0,1

O teor de pó libertado varia conforme a classe da rolha; quanto maior for a classe, menor deverá ser o teor de pó libertado, pois o número de poros onde o pó poderá ficar armazenado é inferior. Muitos dos clientes que compram rolhas de classes altas exigem que as rolhas apresentem uma média inferior a 1,5 mg, e nenhuma das médias obtidas chegou a esse valor.

#### 3.4.4. Comportamento à vedação

Tal como o teste para a determinação do teor de pó libertado, o teste de vedação não serve para comparar tratamentos de superfície. Este teste serve para verificar se ocorrem fugas de vinho por parte da rolha pelo seu interior (por orifícios) ou pelas laterais da rolha (por rachadelas, pregas, ...)

Nas 15 rolhas do ensaio 6 usadas neste teste, observou-se, fuga de vinho numa das rolhas pelo centro, à pressão de 1 bar, e duas rolhas com fugas laterais à pressão de 1,5 bar. No ensaio 7 uma das rolhas apresentou fuga pelo centro e pela lateral quando a pressão era de 1,5 bar e no ensaio 10, a esta mesma pressão, 3 rolhas apresentaram fuga lateral. Nenhuma das rolhas dos ensaios 8 e 9 apresentaram fugas.

Tanto na referência 2 como na referência 3 observou-se fuga lateral numa das rolhas à pressão de 1,5 bar, enquanto na referência 5 se registou 3 rolhas com fuga lateral também à pressão de 1,5 bar. Nos outros grupos de rolhas não se registaram fugas.

O número de rolhas onde se observaram fugas não é significativa para a rejeição das rolhas.

#### 3.5. Engarrafamento em cave

Antes ainda de se ter decidido realizar a terceira série de ensaios, 30 rolhas dos ensaios 4.R1, 5.R1 e 5.R2 e 30 rolhas com o tratamento de referência foram engarrafadas em cave para assim se estudar a evolução do comportamento das rolhas ao fim de 1 mês, 3 meses, 6 meses, 9 meses e 12 meses.

O engarrafamento foi realizado no dia 23 de maio na adega cooperativa de Vila Real com vinho Borges, vinho branco sem gás, nas condições standard de engarrafamento em linha do cliente.

### 3.5.1. Extração ao fim de 1 mês

#### 3.5.1.1. Forças de extração

Como é possível observar na tabela 3.35, os valores médios das forças de extração das rolhas dos ensaios 4.R1 e das rolhas de referência são semelhantes. Os valores médios das forças de extração das rolhas 5.R1 e 5.R2 são semelhantes e são mais baixos do que o valor médio das rolhas de referência.

Tabela 3.35: Resumo dos valores das forças de extração obtidos ao fim de 1 mês.

F.E. do Ensaio nº	4.R1	5.R1	5.R2	Referência
Média (daN)	35,1	29,6	27,9	34,2
D. Padrão (daN)	9,1	1,8	5,4	10,2
Máximo (daN)	53,0	31,7	34,1	45,7
Mínimo (daN)	29,2	26,9	22,5	16,7

Os valores máximos e mínimos obtidos com as rolhas do ensaio 5.R1 estão muito próximos em comparação com os valores dos restantes ensaios.

Comparativamente com as rolhas de referência os resultados obtidos são semelhantes.

Na figura 3.23 é possível observar os diagramas de caixa obtidos.

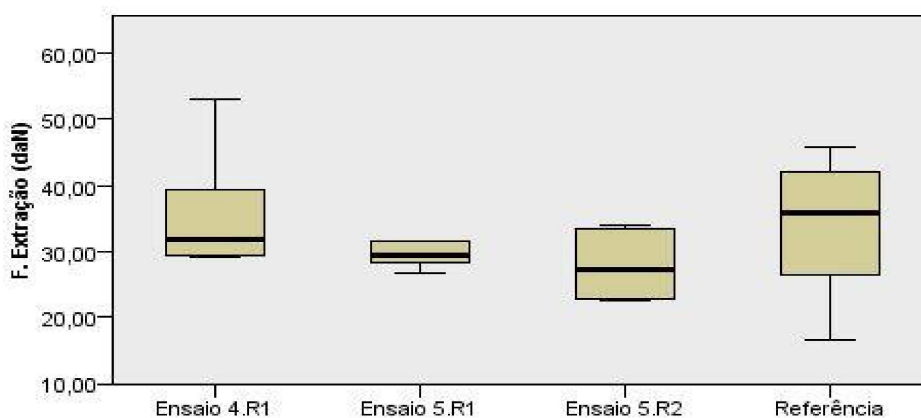


Figura 3.23: Diagramas de caixa obtidos com os dados das forças de extração.

Comparando os resultados obtidos entre os ensaios realizados através do teste de Kruskal-Wallis, todos os resultados são semelhantes entre si.

### 3.5.1.2. Migração

Como é possível observar na tabela 3.36, os valores médios de migração são elevados, principalmente os valores das rolhas tratadas com cera de abelha. As elevadas temperaturas do local onde as garrafas estão armazenadas podem ter favorecido a migração de vinho pela rolha.

Tabela 3.36: Resumo dos valores da migração obtidos ao fim de 1 mês.

Migração do Ensaio nº	4.R1	5.R1	5.R2	referência
Média (mm)	32,5	29,6	27,9	9,8
D. Padrão (mm)	14,3	1,8	5,4	9,5
Máximo (mm)	45,0	31,7	34,1	22,0
Mínimo (mm)	12,0	26,9	22,5	0,0
D. Padrão (mm)	14,3	1,8	5,4	9,5

Não se conseguiu realizar o teste de Kruskal-Wallis com os resultados obtidos devido a um erro do programa.

### 3.5.1.3. Absorção

Como é possível observar na tabela 3.37, os valores médios de absorção são elevados, mesmo nas rolhas com o tratamento de referência. As elevadas temperaturas no local poderão ter favorecido a absorção de vinho.

Tabela 3.37: Resumo dos valores de absorção obtidos ao fim de 1 mês.

Absorção do ensaio nº	4.R1	5.R1	5.R2	Referência
Média (%)	11,7	28,6	12,8	10,2
D. Padrão (%)	3,8	14,8	5,7	2,3
Máximo (%)	18,8	56,9	21,8	12,5
Mínimo (%)	8,6	15,7	6,0	6,1

A média do ensaio 5.R1 é superior às médias dos restantes ensaios.

Os valores médios obtidos com as rolhas dos ensaios 4.R1 e 5.R2 são ligeiramente superiores às rolhas tratadas de referência. A média do ensaio 5.R1 é mais que o dobro da média obtida com as rolhas de referência.

Na figura 3.24 é possível observar os diagramas de caixa obtidos.

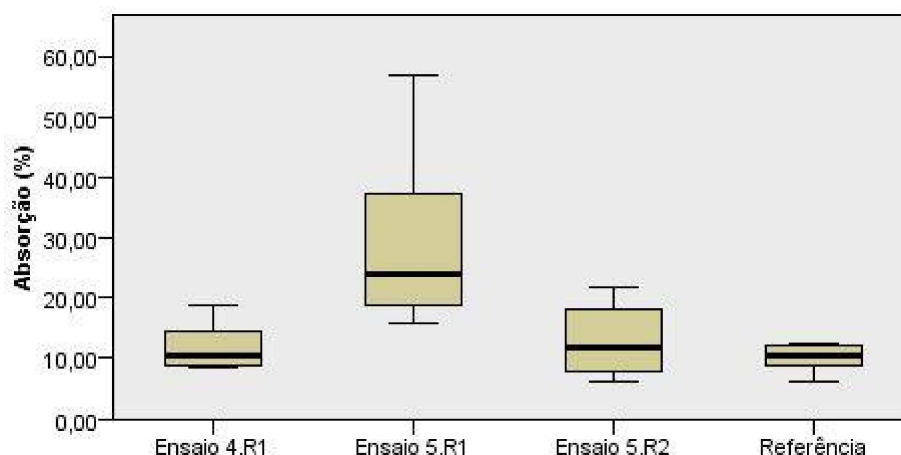


Figura 3.24: Diagramas de caixa obtidos com os dados de absorção.

Na realização da análise estatística, os resultados obtidos com as rolhas do ensaio 4.R1 e 5.R2 são semelhantes entre si, bem como os ensaios 5.R1 e 5.R2, apesar de se ter verificado maior absorção por parte das rolhas do ensaio 5.R1. Os resultados do ensaio 4.R1 não são semelhantes com os resultados obtidos no ensaio 5.R1.

Os resultados obtidos com as rolhas dos ensaios 4.R1 e 5.R2 são semelhantes com os obtidos com as rolhas de referência.

### 3.5.2. Resultados – Extração ao fim de 3 meses

#### 3.5.2.1. Forças de extração

Como é possível observar na tabela 3.38, os valores médios das forças de extração das rolhas 5.R1 e 5.R2 são semelhantes e são mais baixos do que o valor médio das rolhas de referência, que apresenta um valor médio muito elevado.

Tabela 3.38: Resumo dos valores das forças de extração obtidos ao fim de 3 meses.

F.E. do Ensaio nº	4.R1	5.R1	5.R2	Referência
Média (daN)	36,0	28,4	30,9	43,3
D. Padrão (daN)	11,0	5,2	4,8	16,8
Máximo (daN)	55,9	37,9	38,0	51,6
Mínimo (daN)	25,2	23,8	25,7	36,6

O valor médio do ensaio 4.R1 é mais elevado que os ensaios 5.R1 e 5.R2, mas mais baixo que o valor médio da referência. Este valor é semelhante ao valor obtido após 1 mês em garrafa.

Na figura 3.25 é possível observar os diagramas de caixa obtidos.

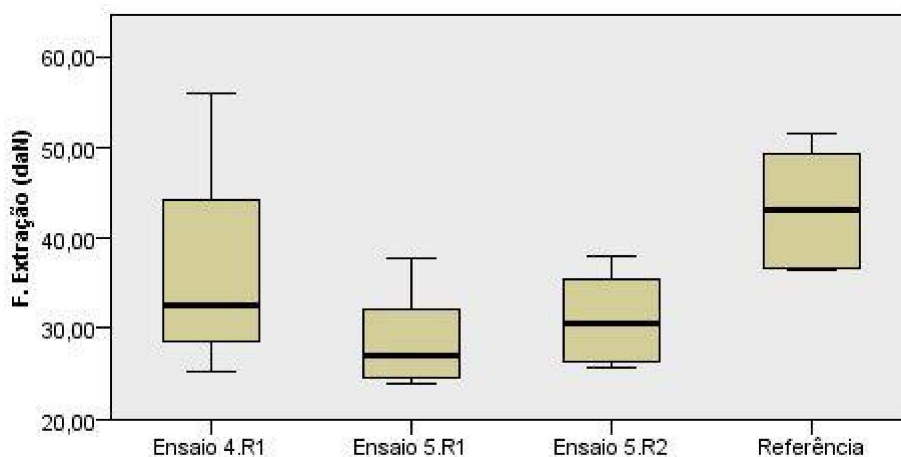


Figura 3.25: Diagramas de caixa obtidos com os dados das forças de extração.

Na realização da análise estatística, constata-se que os resultados dos ensaios são semelhantes entre si.

Comparativamente com os resultados das rolhas de referência, apenas os resultados obtidos com as rolhas do ensaio 5.R1 apresentam diferenças.

### 3.5.2.2. Migração

Como é possível observar na tabela 3.39, os valores médios de migração são elevados, principalmente os valores das rolhas tratadas com cera de abelha. Estes valores são superiores aos valores obtidos ao fim de 1 mês.

Tabela 3.39: Resumo dos valores de migração obtidos ao fim de 3 meses.

Migração do Ensaio nº	4.R1	5.R1	5.R2	Referência
Média (mm)	33	40	37	19
D. Padrão (mm)	11	8	12	17
Máximo (mm)	44	45	45	39
Mínimo (mm)	15	27	15	0

As elevadas temperaturas do local onde as garrafas estão armazenadas podem ter favorecido a migração de vinho.

Não se conseguiu realizar o teste de Kruskal-Wallis com os resultados obtidos devido a um erro do programa.



### 3.5.2.3. Absorção

Como é possível observar na tabela 3.40, os valores médios de absorção dos ensaios 5.R1 e 5.R2 são superiores à média da referência. As elevadas temperaturas no local poderão ter favorecido a absorção de vinho.

Tabela 3.40: Resumo dos valores de absorção obtidos ao fim de 3 meses.

Absorção do ensaio n°	4.R1	5.R1	5.R2	Referência
Média (%)	7,6	20,3	18,6	11,5
Máximo (%)	26,5	40,8	24,3	19,4
Mínimo (%)	-19,6	7,7	14,9	4,9
D. Padrão (%)	17,6	11,6	3,3	5,4

Numa das rolhas do ensaio 4.R1 registou-se dois valores de absorção negativo. Possivelmente houve perda de massa no processo de extração da rolha.

Na figura 3.26 é possível observar os diagramas de caixa obtidos.

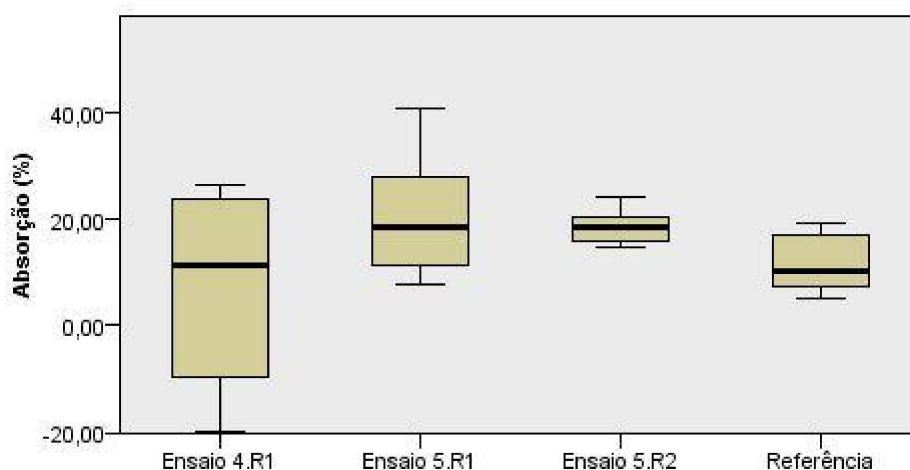


Figura 3.26: Diagramas de caixa obtidos com os dados de absorção.

Comparando os resultados obtidos entre os ensaios realizados através do teste de Kruskal-Wallis, todos os resultados obtidos são semelhantes entre si, mesmo apesar de 2 rolhas do ensaio 4.R1 terem perdido massa.

## 4. Conclusão

O presente trabalho, desenvolvido na Amorim & Irmãos, S. A. teve como objetivo a validação em aplicação industrial dos estudos realizados pelo departamento de Investigação & Desenvolvimento no âmbito da pesquisa e validação de produtos de origem biológica para tratamento de superfície de rolhas naturais (Biocork).

Tendo em consideração que nem todas as filiais poderão ter o equipamento adequado para a fusão e pulverização do produto, testaram-se dois métodos diferentes de aplicação: por pulverização automática e por aplicação manual. Constatou-se que os ensaios que seguiram as metodologias de aplicação do ensaio 4 (aplicação automática) e do ensaio 5 (aplicação manual) foram os que apresentaram melhores resultados.

Deste projeto resulta um caderno de especificações técnicas para a aplicação desta solução como tratamento de superfície de rolhas naturais cuja aplicabilidade deverá ser avaliada caso a caso.

Obtiveram-se melhores resultados de forças de extração nos ensaios realizados com aplicação manual. Os resultados de absorção e migração foram semelhantes entre as duas formas de aplicação.

Em termos de resultados de controlo obtidos nas diferentes condições (conforme o protocolo de validação de produtos para tratamento de superfície) e comparando as rolhas resultantes dos tratamentos nas metodologias selecionadas com as rolhas de referência, as rolhas tratadas com a cera de abelha apresentam forças de extração consistentemente mais elevadas, apesar de dentro dos limites de especificação (15 e 45 daN).

Os resultados de migração em garrafa são elevados, principalmente quando a garrafa está sujeita a altas temperaturas. Elevadas temperaturas afetam negativamente a performance físico-mecânica da rolha, sendo esta uma limitação do tratamento com a cera de abelha. Esta limitação deve-se ao baixo ponto de fusão da cera de abelha (65°C) e de esta apresentar consistência plástica acima dos 30°C. Os resultados de migração obtidos na terceira série de ensaios foram muito elevados comparativamente com os restantes resultados obtidos, tanto nas rolhas tratadas com a cera abelha como nas rolhas de referência. Como tal, deverão realizar-se novos testes para se avaliar a precisão dos resultados obtidos.

Como conclusão, a cera de abelha pode ser usada como tratamento de superfície de origem biológica com a salvaguarda suplementar de que não é indicada para o engarrafamento de vinho a quente e para vinhos que irão estar armazenados e/ou transportados em locais com temperaturas acima dos 30°C.

## Bibliografia

- [1]- Amorim. “Perfeito por natureza”. <http://www.amorimcork.com/natural-cork/raw-material-and-production-process/> (acedido em 5 de abril de 2016).
- [2]- APCOR. “Floresta”. <http://www.apcor.pt/montado/floresta/> (acedido em 5 de outubro de 2016)
- [3]- APCOR. 2016. “Anuário de cortiça 2016 APCOR”. (Versão PDF descarregada em 5 de outubro de 2016).
- [4]- Amorim. “Floresta com futuro”. <http://www.amorim.com/a-cortica/localizacao-do-montado/> (acedido no dia 30 de julho de 2016)
- [5]- Fortes, M A; Rosa, M E; Pereira, H. 2004. “A Cortiça”. IST Press. Lisboa. 260p. (Versão PDF descarregada em 30 de julho de 2016)
- [6]- Hooke, R. 1664. “Micrographia”. The Royal Society. Londres. 500p (Versão PDF descarregada em 30 de outubro de 2016)
- [7]- Silva, M., 2010. “A cortiça- Suas características e propriedades – Apontamentos de Tecnologia dos produtos florestais”. UTAD. Vila Real. (Versão PDF descarregada em 2 de outubro de 2016)
- [8]- Pereira, H. 1989. “Trabeculae in the cork cells of Quercus Suber L.” IAWA Journal. 209p. (Versão PDF descarregada em 31 de julho de 2016)
- [9]- Pereira, H; Ferreira, E. 1989. “Scanning Electron-Microscopy observation of insulation cork agglomerates”. Materials Science and Engineering: A 111. 217-225p. (Versão PDF descarregada em 31 de julho de 2016)
- [10]- Gil, L. 1998. “Cortiça: produção tecnologia e aplicação”. Lisboa. INETI. 384p. (Versão PDF descarregada em 8 de outubro de 2016)
- [11]- Brugnatelli, D. 1787. “Elementi di chimica”. Tomo II. 224p. (Versão PDF descarregada em 8 de outubro de 2016)
- [12]- Chevreul, M. 1815. “Mémoire sur le moyen d'analyser plusieurs matières végétales et le liège en particulier”. Annales de Chimie. (Versão PDF descarregada em 5 de outubro de 2016)
- [13]- Chevreul, M. 1807. “De l'action de l'acide nitrique sur liège”. Annales de Chimie. (Versão PDF descarregada em 15 de outubro de 2016)

- [14]- Zetsche, F; Rosenthal, G. 1815. “Mémoire sur Le Moyen d’analyser plusieurs matières végétales et le liège en particulier”. Ann, Chim. (Versão PDF descarregada em 15 de outubro de 2016)
- [15]- Lopes, P; Saucier, C; Teissedre P L; Glories, Y. 2007. “Main routes of oxygen ingress through different closures into wine bottles”. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 54. 6741-6746p. (Versão PDF descarregada em 15 de outubro de 2016)
- [16]- APCOR. Manual Técnico Rolhas. 56p
- [17]- Pereira, H. 1984. “Produção e utilização da cortiça. Situação atual e perspectivas de desenvolvimento”. Boletim do instituto dos produtos florestais- Cortiça. (Versão PDF descarregada em 16 de outubro de 2016)
- [18]- Amorim. Características da cortiça. <http://www.amorim.com/a-cortica/caracteristicas/> (acedido no dia 5 de abril de 2016)
- [19]- Rosa, M. E.; Fontes, M. A.. 1993. “Water absorption by cork”. Wood and fiber Science. 10p. (Versão PDF descarregada em 9 de outubro de 2016)
- [20]- APCOR. “Descortiçamento”. <http://www.apcor.pt/cortica/processo-de-transformacao/descortiçamento/> (acedido no dia 9 de outubro de 2016).
- [21]- APCOR. “Arquivo”. [http://www.apcor.pt/portfolio\\_category/descortiçamento/](http://www.apcor.pt/portfolio_category/descortiçamento/) (acedido no dia 9 de outubro de 2016).
- [22]- APCOR. 2004. “Cortiça: Os factos”. Information Bureau.
- [23]- CELIEGE. Código Internacional das Práticas Rolheiras. (Versão PDF do ficheiro descarregado no dia 30 de julho de 2016)
- [24]- APCOR. “Classificação das rolhas naturais”. <http://www.apcor.pt/classificacao-das-rolhas-naturais/> (acedido no dia 13 de março de 2016)
- [25]- Infovini. “Glossário”. <http://www.infovini.com/classic/pagina.php?l=E&codPagina=28&pg=10> (acedido no dia 13 de março de 2016).
- [26]- Amorim. “Projetos QREN”. <http://www.amorimcork.com/products/quality-and-rd/projectos-qren/> (acedido no dia 13 de março de 2016)

- [27]- Freud, M; Csikós, R; Keszthelyi, S; Mózes, G. Y. 1982. "Paraffin Products: properties, technologies, applications". Elsevier. Budapeste, Hungria. 335p. (Versão PDF descarregada em 5 de outubro de 2016)
- [28]- Gervais, J P; Labadie, D; Riboulet, J M. 2002. "Le bouchon: choix et controle". Vigne et vin publications internacionales. Bordéus, França. 78p. (Versão PDF descarregada em 5 de outubro de 2016)
- [29]- Infovini. "Termolização". <http://www.infovini.com/pagina.php?codNode=20510#tab19> (acedido no dia 10 de outubro de 2016).
- [30]- Riboulet, J. P.; Alegoet, C.. 1986. "Practical Aspects of wine corkage". Bourgogne Publications. França.
- [31]- SOQ. "O que é uma emulsão?" <http://www.soq.com.br/curiosidades/c42.php> (acedido no dia 1 de novembro de 2016)
- [32]- Infopedia. "Silicone". <https://www.infopedia.pt/dicionarios/termos-medicos/silicone> (acedido no dia 2 de outubro de 2016).
- [33]- Infoescola. "Silicone". <http://www.infoescola.com/compostos-quimicos/silicone/> (acedido no dia 2 de outubro de 2016)
- [34]- Passeiweb. "Polímeros: 1. O que é silicone?" [http://www.passeiweb.com/estudos/sala\\_de\\_aula/quimica/silicone](http://www.passeiweb.com/estudos/sala_de_aula/quimica/silicone) (acedido no dia 2 de outubro de 2016)
- [35]- AENOR. Norma UNE 56921:2003. 2003. "Tapones de corcho natural para vinos tranquilos. Ensayos e especificaciones". 10p. (Versão PDF descarregada em 2 de outubro de 2016)
- [36]- NCUG. "Guia internacional para a compra de rolhas de cortiça para vinhos tranquilos 2007:18". (Versão PDF descarregada em 2 de outubro de 2016)
- [37]- PBWorks. 2007. "Cera de Abelha". <http://proascq13.pbworks.com/w/page/18657180/CERA%20DE%20ABELHA> (acedido no dia 14 de outubro de 2016).
- [38]- Marques, A. Naturlink. "Evolução histórica da indústria corticeira". <http://naturlink.pt/article.aspx?menuid=3&cid=93808&bl=1&viewall=true> (acedido no dia 2 de outubro de 2016).
- [39]- Dias, C. Público. "Rolhas de cortiça estão de novo a ganhar terreno aos vedantes alternativos". 13 de novembro de 2016. <https://www.publico.pt/ciencia/noticia/rolhas-de->

[cortica-estao-de-novo-a-ganhar-terreno-aos-vedantes-alternativos-1520735](#) (acedido no dia 9 de outubro de 2016)

[40]- Carvalho, M. Público. “O império das rolhas já pode respirar de alívio”. 31 de julho de 2016. <https://www.publico.pt/economia/noticia/o-imperio-das-rolhas-ja-pode-respirar-de-alivio-1739399> (acedido no dia 9 de outubro de 2016).

[41]- Pereira, C S; Marques, J J F; San Romam, M V. 2 de julho de 2000. “Cork taint in wine: Scientific knowledge and public perceptions – A critical review”. Critical Reviews in Microbiology. 147-162p (Versão PDF descarregada em 10 de outubro de 2016)

[42]- Rudy, H. 2011. “Off Flavours in Wine: Corky – Efficient and sensitive determination of TCA and other off-flavours”. Solutions worldwide. Gerstel. 28p. (Versão PDF descarregada em 10 de outubro de 2016)

[43]- Pinto, Luísa. Público. 2015. “Negócio das rolhas da Amorim vai ter o melhor ano de sempre”. <https://www.publico.pt/economia/noticia/negocio-de-rolhas-da-amorim-vai-ter-o-melhor-ano-de-sempre-1715167> (acedido no dia 5 de abril de 2016)

[44]- Amorim & Irmãos, S. A.. 2015. Manual de acolhimento.

[45]- Amorim. “Catálogo”. <http://www.amorimcork.com/pt/products/catalogue/> (acedido no dia 10 de outubro de 2016)

[46]- Lopes, M. Castelo Branco, V. Soares, J. “Utilização dos testes estatísticos de Kolmogorov-Smirnov e Shapiro-Wilk para verificação da normalidade para materiais de pavimentação”. (versão PDF do ficheiro descarregada em 23 de outubro de 2016)

[47]- Cação, R. Slideshare. 2010. “Testes paramétricos e não paramétricos”. <http://pt.slideshare.net/rosariocacao/testes-parametricos-e-nao-parametricos-3396639> (acedido no dia 23 de outubro de 2016)

[48]- Junior, G. CPAQV. “Estatística: Teste de Kruskal Wallis”. (versão PDF do ficheiro descarregada em 23 de outubro de 2016).

[49]- Carmo, V. “Teste de Kruskal-Wallis”. (versão PDF do ficheiro descarregada em 23 de outubro de 2016).

## Anexos

### Anexo A. Resultados obtidos na primeira série de ensaios – Extração após 3 dias

#### Anexo A.1. Ensaio 1

Tabela A.1. Quantidade de produto aplicada em cada rolha numerada no ensaio 1.

Rolha	Massa inicial (g)	Massa final (g)	Quantidade de produto aplicado (mg)	Rolha	Massa inicial (g)	Massa final (g)	Quantidade de produto aplicado (mg)
1	2,8761	2,8662	-9,9	26	2,7590	2,7425	-16,5
2	3,3936	3,3659	-27,7	27	3,2822	3,2615	-20,7
3	3,6053	3,5742	-31,1	28	3,2599	3,2416	-18,3
4	3,2694	3,2666	-2,8	29	3,4367	3,4177	-19,0
5	3,7352	3,7015	-33,7	30	3,8043	3,7861	-18,2
6	3,2743	3,2503	-24,0	31	3,5030	3,4799	-23,1
7	3,3312	3,3160	-15,2	32	3,6152	3,5939	-21,3
8	2,9479	2,9298	-18,1	33	3,6747	3,6519	-22,8
9	3,1010	3,0950	-6,00	34	3,3122	3,2844	-27,8
10	3,2501	3,2233	-26,8	35	3,9179	3,8717	-46,2
11	2,9932	2,9718	-21,4	36	3,7372	3,7210	-16,2
12	3,7153	3,6909	-24,4	37	3,2772	3,2538	-23,4
13	2,7798	2,7615	-18,3	38	3,8779	3,7998	-78,1
14	2,8353	2,8118	-23,5	39	3,3026	3,2887	-13,9
15	3,6283	3,6033	-25,0	40	3,3199	3,2957	-24,2
16	3,8881	3,8610	-27,1	41	3,7699	3,7471	-22,8
17	3,0649	3,0421	-22,8	42	3,0479	3,0277	-20,2
18	3,2376	3,2088	-28,8	43	3,6371	3,6220	-15,1
19	3,7586	3,7403	-18,3	44	3,6851	3,6606	-24,5
20	3,2385	3,2077	-30,8	45	3,2211	3,2082	-12,9
21	3,3412	3,3150	-26,2	46	3,3544	3,3302	-24,2
22	4,5915	4,5452	-46,3	47	3,2257	3,2058	-19,9
23	3,6444	3,6148	-29,6	48	3,4384	3,4380	-0,4
24	3,5740	3,5430	-31,0	49	3,4795	3,4675	-12,0
25	4,3131	4,2804	-32,7	50	2,6569	2,6438	-13,1

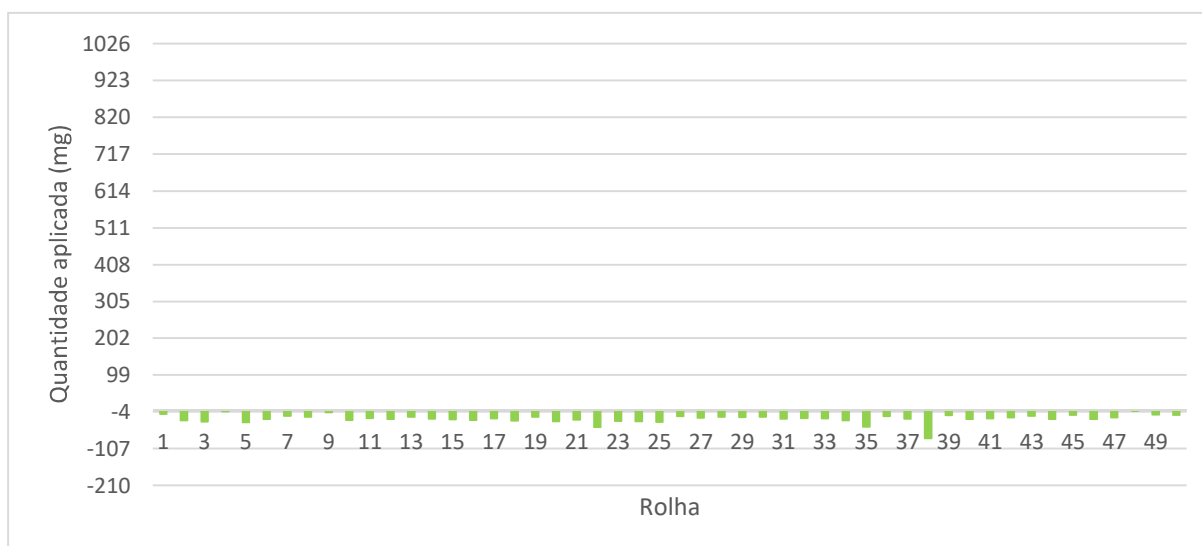


Figura A.1: Representação gráfica quantidade de produto aplicada em cada rolha numerada no ensaio 1.



Tabela A.2: Força de extração de cada rolha numerada do ensaio 1.

Rolha	Força de extração (daN)	Rolha	Força de extração (daN)
1	40,7	26	29,0
2	27,4	27	34,8
3	40,9	28	45,5
4	61,1	29	41,8
5	40,3	30	55,0
6	40,0	31	27,3
7	31,3	32	59,7
8	23,4	33	37,9
9	47,6	34	40,9
10	56,7	35	22,1
11	32,0	36	43,0
12	45,0	37	47,5
13	30,0	38	40,0
14	30,6	39	22,8
15	48,3	40	36,9
16	49,5	41	50,1
17	36,5	42	30,5
18	26,5	43	57,4
19	47,8	44	41,3
20	55,4	45	45,5
21	44,5	46	36,8
22	45,3	47	54,6
23	33,7	48	45,9
24	26,7	49	54,6
25	23,4	50	25,1

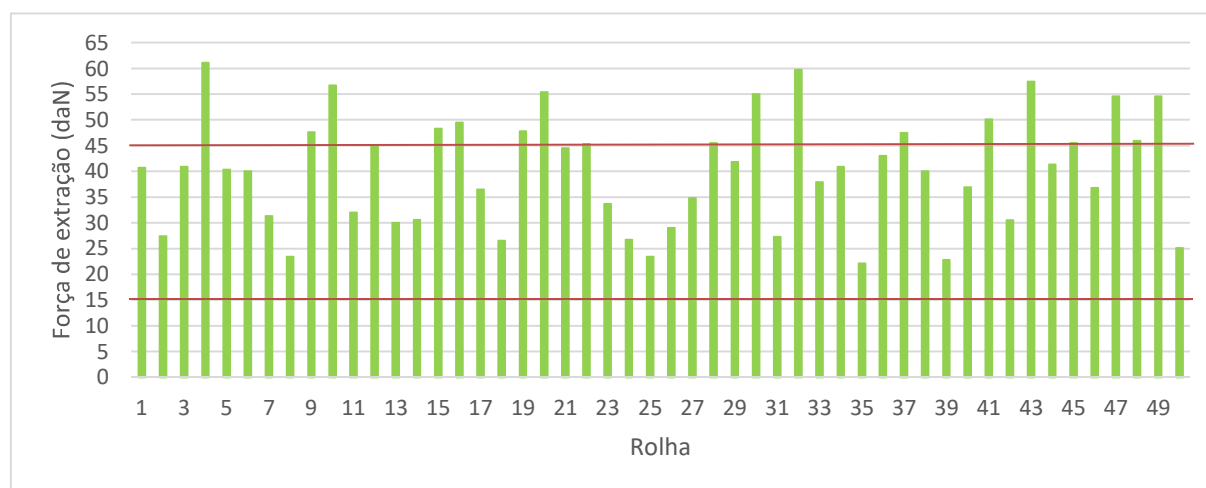


Figura A.2: Representação gráfica das forças de extração de cada rolha numerada do ensaio 1.



Tabela A.3: Migração de solução de cada rolha numerada do ensaio 1.

Rolha	Migração (mm)	Rolha	Migração (mm)
1	0	26	16
2	10	27	0
3	0	28	0
4	10	29	0
5	0	30	0
6	15	31	0
7	11	32	0
8	0	33	0
9	12	34	20
10	8	35	42
11	0	36	10
12	0	37	15
13	10	38	0
14	13	39	0
15	0	40	6
16	0	41	0
17	23	42	16
18	10	43	0
19	0	44	11
20	0	45	0
21	15	46	0
22	15	47	33
23	0	48	10
24	33	49	23
25	0	50	17

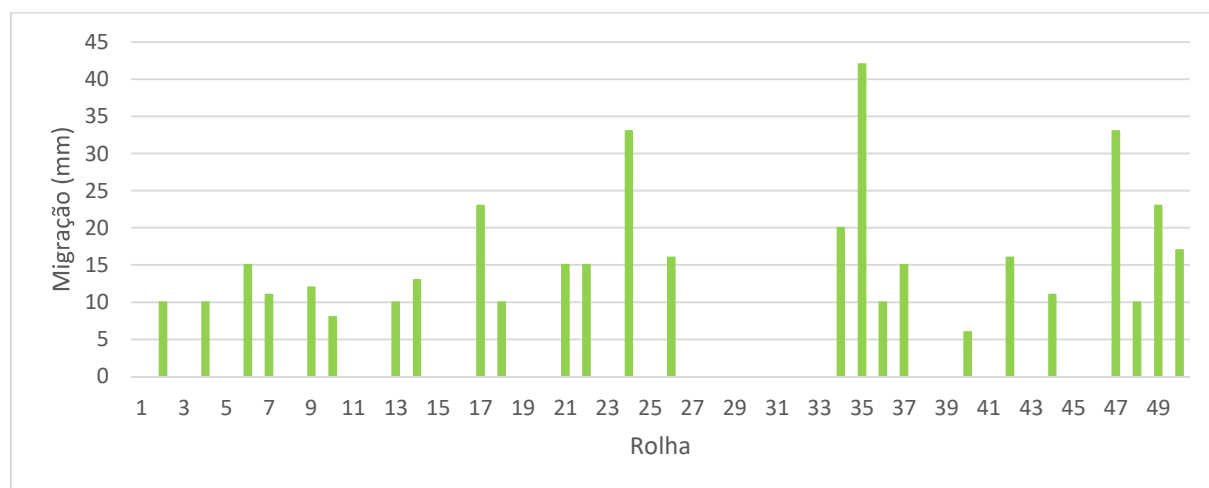


Figura A.3: Representação gráfica da migração de solução em cada rolha numerada do ensaio 1.

Tabela A.4: Absorção de solução de solução por cada uma das rolhas numeradas do ensaio 1

Rolha	Massa inicial (g)	Massa final (g)	Absorção (%)	Rolha	Massa inicial (g)	Massa final (g)	Absorção (%)
1	2,87	2,91	1,39	26	2,74	3,11	13,50
2	3,37	3,54	5,04	27	3,27	3,35	2,45
3	3,59	3,69	2,79	28	3,24	3,28	1,23
4	3,27	3,39	3,67	29	3,42	3,45	0,88
5	3,70	3,75	1,35	30	3,78	3,83	1,32
6	3,25	3,33	2,46	31	3,48	3,51	0,86
7	3,31	3,35	1,21	32	3,60	3,67	1,94
8	2,93	2,96	1,02	33	3,66	3,71	1,37
9	3,10	3,17	2,26	34	3,29	3,59	9,12
10	3,23	3,31	2,48	35	3,88	4,25	9,54
11	2,97	3,01	1,35	36	3,73	3,81	2,14
12	3,69	3,75	1,63	37	3,27	3,38	3,36
13	2,76	2,83	2,54	38	3,81	3,93	3,15
14	2,80	2,87	2,50	39	3,27	3,36	2,75
15	3,60	3,64	1,11	40	3,29	3,36	2,13
16	3,86	3,95	2,33	41	3,75	3,82	1,87
17	3,04	3,12	2,63	42	3,03	3,09	1,98
18	3,21	3,41	6,23	43	3,63	3,66	0,83
19	3,74	3,82	2,14	44	3,66	3,82	4,37
20	3,22	3,30	2,48	45	3,21	3,30	2,80
21	3,32	3,42	3,01	46	3,34	3,42	2,40
22	4,56	4,63	1,54	47	3,21	3,35	4,36
23	3,62	3,69	1,93	48	3,45	3,49	1,16
24	3,54	3,73	5,37	49	3,46	3,58	3,47
25	4,27	4,42	3,51	50	2,64	2,81	6,44

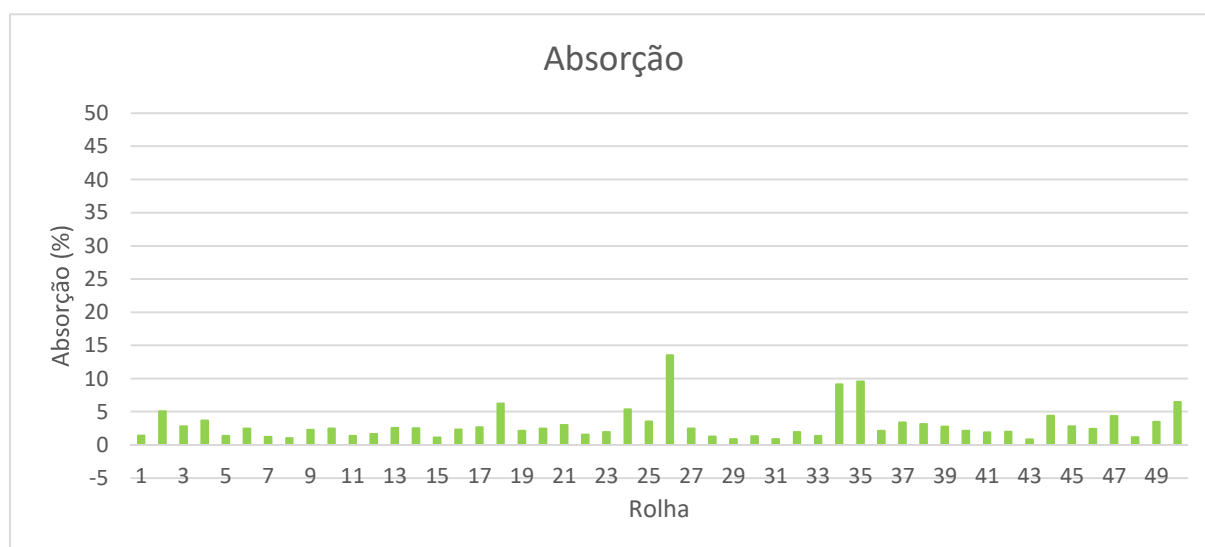


Figura A.4: Representação gráfica da absorção de solução por cada uma das rolhas numeradas do ensaio 1.

## Anexo A.2. Ensaio 2 (rolhas numeradas previamente despoeiradas e aquecidas)

Tabela A.5: Quantidade de produto aplicada em cada rolha numerada do ensaio 2 (despoeiradas).

Rolha	Massa inicial (g)	Massa final (g)	Quantidade de produto aplicado (mg)	Rolha	Massa inicial (g)	Massa final (g)	Quantidade de produto aplicado (mg)
1	2,5592	2,5878	28,6	26	3,7694	3,8024	33,0
2	3,6044	3,6297	25,3	27	3,6815	3,7100	28,5
3	3,5589	3,5910	32,1	28	3,7533	3,7852	31,9
4	3,3722	3,4046	32,4	29	3,7144	3,7494	35,0
5	3,5413	3,5693	28,0	30	3,6922	3,7255	33,3
6	3,3712	3,4028	31,6	31	3,6069	3,6364	29,5
7	4,1300	4,1608	30,8	32	3,4440	3,4725	28,5
8	3,7539	3,7805	26,6	33	2,9824	3,0137	31,3
9	3,2334	3,2628	29,4	34	3,3695	3,3984	28,9
10	3,7412	3,7718	30,6	35	3,2121	3,2405	28,4
11	3,2840	3,3128	28,8	36	3,2424	3,2720	29,6
12	3,1517	3,1887	37,0	37	2,9294	2,9555	26,1
13	3,5225	3,5508	28,3	38	2,6454	2,6779	32,5
14	3,2557	3,2833	27,6	39	3,3250	3,3539	28,9
15	4,7040	4,7390	35,0	40	2,8489	2,8774	28,5
16	3,6805	3,7129	32,4	41	4,0016	4,0334	31,8
17	4,3668	4,3836	16,8	42	3,4600	3,4992	39,2
18	3,1776	3,2007	23,1	43	3,2480	3,2742	26,2
19	3,2248	3,2464	21,6	44	3,4554	3,4892	33,8
20	3,6513	3,6731	21,8	45	4,2864	4,3227	36,3
21	3,3018	3,3295	27,7	46	3,4129	3,4446	31,7
22	2,9872	3,0130	25,8	47	4,1006	4,1351	34,5
23	4,4970	4,5270	30,0	48	3,1960	3,2278	31,8
24	3,1838	3,2068	23,0	49	3,6797	3,7134	33,7
25	3,0852	3,1154	30,2	50	3,2824	3,3127	30,3

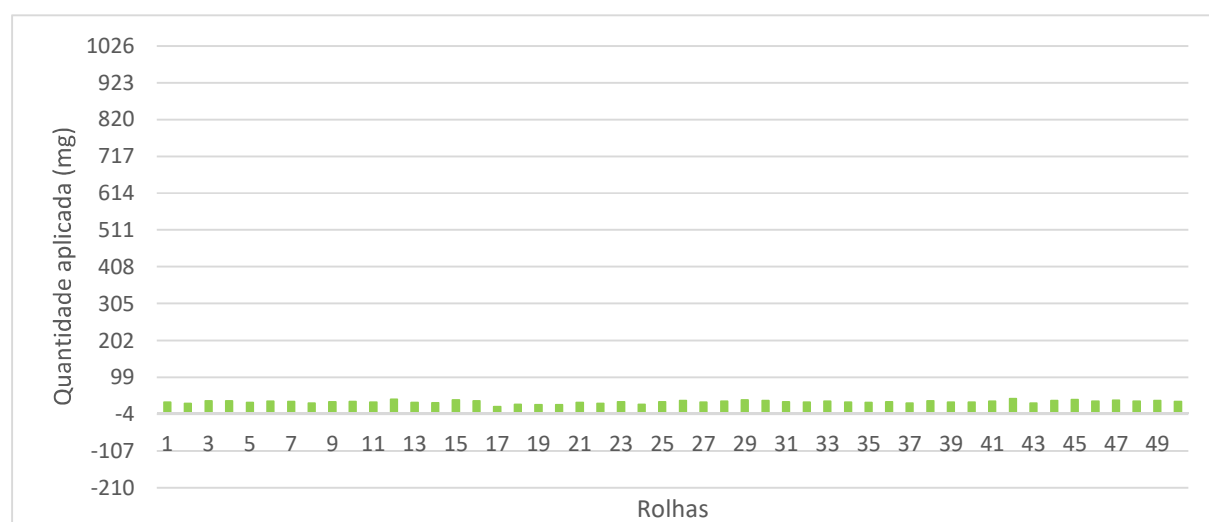


Figura A.5: Representação gráfica da quantidade de produto aplicado por cada rolha numerada do ensaio 2 (despoeiradas).

Tabela A.6: Força de extração de cada rolha numerada do ensaio 2 (despoeiradas).

Rolha	Força de extração (daN)	Rolha	Força de extração (daN)
1	21,1	26	31,8
2	31,8	27	22,5
3	24,8	28	27,0
4	28,9	29	25,5
5	26,9	30	31,0
6	25,1	31	27,4
7	30,9	32	31,5
8	30,8	33	17,5
9	29,2	34	26,1
10	25,3	35	22,7
11	25,3	36	26,0
12	21,4	37	17,1
13	21,4	38	12,2
14	27,5	39	23,7
15	32,3	40	21,2
16	26,7	41	27,7
17	32,4	42	26,8
18	33,1	43	26,7
19	23,7	44	26,7
20	25,3	45	32,1
21	22,6	46	22,3
22	24,6	47	30,7
23	30,7	48	27,0
24	23,3	49	24,3
25	24,4	50	25,7

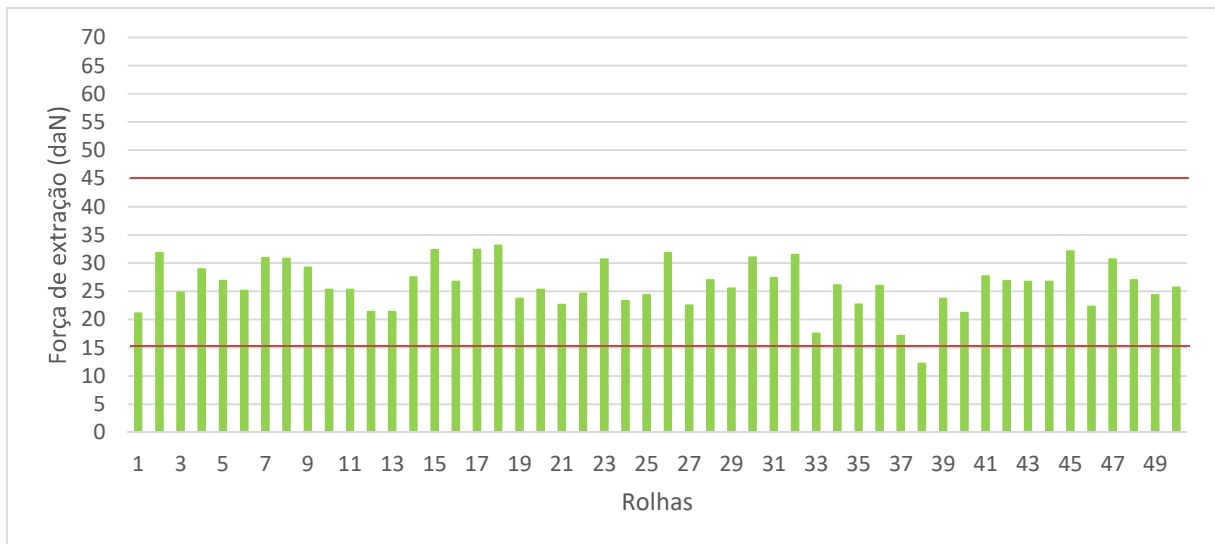


Figura A.6: Representação gráfica da força de extração de cada rolha numerada do ensaio 2 (despoeiradas).

Tabela A.7: Migração de cada rolha numerada do ensaio 2 (despoeiradas).

Rolha	Migração (mm)	Rolha	Migração (mm)
1	8	26	0
2	0	27	11
3	28	28	0
4	15	29	0
5	0	30	17
6	0	31	5
7	0	32	0
8	0	33	0
9	0	34	0
10	0	35	10
11	10	36	0
12	0	37	45
13	15	38	35
14	0	39	7
15	13	40	8
16	10	41	0
17	14	42	0
18	10	43	0
19	0	44	0
20	16	45	0
21	0	46	15
22	0	47	0
23	20	48	17
24	45	49	12
25	0	50	7

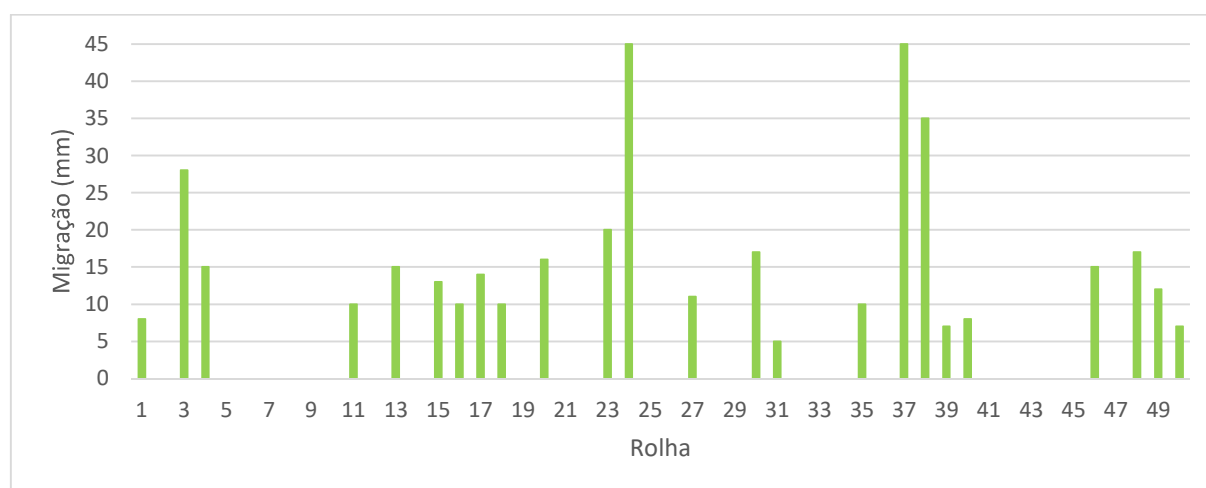


Figura A.7: Representação gráfica da migração de cada rolha numerada do ensaio 2 (despoeiradas).

Tabela A.8: Absorção de solução de cada rolha numerada do ensaio 2 (despoeiradas).

Rolha	Massa inicial (g)	Massa final (g)	Absorção (%)	Rolha	Massa inicial (g)	Massa final (g)	Absorção (%)
1	2,58	2,61	1,16	26	3,80	3,91	2,89
2	3,63	3,71	2,20	27	3,71	3,79	2,16
3	3,59	3,81	6,13	28	3,79	3,89	2,64
4	3,41	3,50	2,64	29	3,75	3,81	1,60
5	3,57	3,63	1,68	30	3,72	3,85	3,49
6	3,40	3,45	1,47	31	3,63	3,72	2,48
7	4,17	4,28	2,64	32	3,46	3,54	2,31
8	3,78	3,83	1,32	33	3,02	3,07	1,66
9	3,27	3,31	1,22	34	3,41	3,47	1,76
10	3,78	3,92	3,70	35	3,25	3,32	2,15
11	3,31	3,40	2,72	36	3,28	3,35	2,13
12	3,19	3,25	1,88	37	2,96	3,20	8,11
13	3,56	3,62	1,69	38	2,68	2,97	10,82
14	3,28	3,34	1,83	39	3,35	3,43	2,39
15	4,73	4,96	4,86	40	2,88	2,91	1,04
16	3,71	3,87	4,31	41	4,03	4,09	1,49
17	4,39	4,71	7,29	42	3,50	3,56	1,71
18	3,20	3,25	1,56	43	3,29	3,40	3,34
19	3,24	3,36	3,70	44	3,49	3,55	1,72
20	3,66	3,77	3,01	45	4,34	4,34	0,00
21	3,33	3,37	1,20	46	3,46	3,60	4,05
22	3,01	3,06	1,66	47	4,13	4,19	1,45
23	4,53	4,62	1,99	48	3,23	3,29	1,86
24	3,21	3,26	1,56	49	3,71	3,99	7,55
25	3,11	3,15	1,29	50	3,31	3,76	13,60

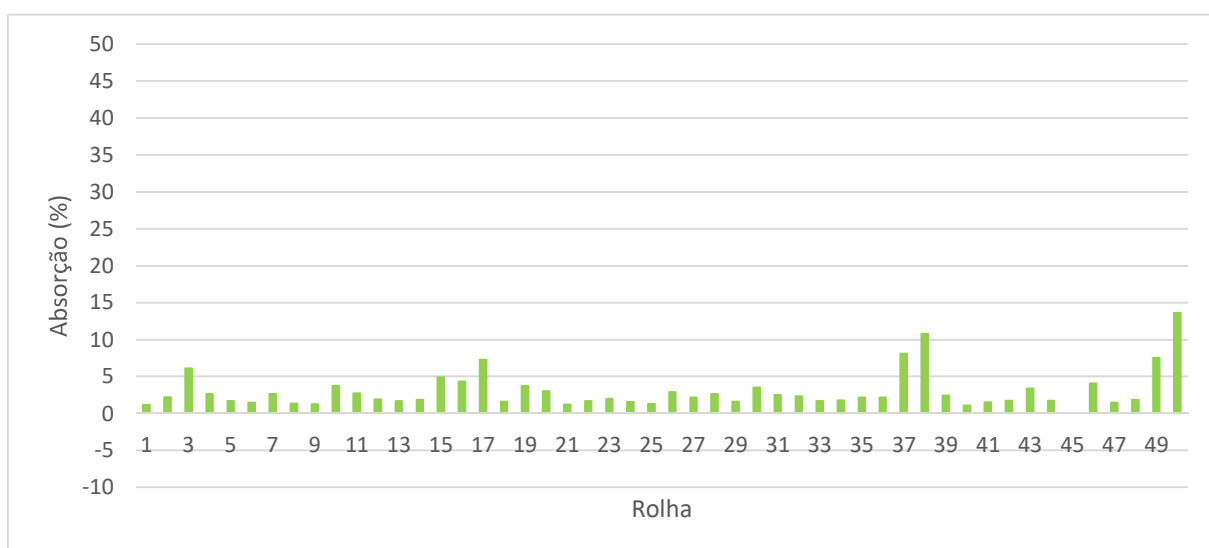


Figura A.8: Representação gráfica da absorção de cada rolha numerada do ensaio 2 (despoeiradas).

### Anexo A.3. Ensaio 2 (rolhas numeradas não despoeiradas e aquecidas)

Tabela A.9: Quantidade de produto aplicada em cada rolha numerada do ensaio 2 (não despoeiradas).

Rolha	Massa inicial (g)	Massa final (g)	Quantidade de produto aplicado (mg)	Rolha	Massa inicial (g)	Massa final (g)	Quantidade de produto aplicado (mg)
1	2,9792	3,0130	33,8	26	3,3509	3,3509	33,0
2	3,0018	3,0289	27,1	27	3,1707	3,1707	29,4
3	3,7222	3,7486	26,4	28	3,5894	3,5894	27,1
4	3,3950	3,4059	10,9	29	3,7535	3,7535	20,9
5	3,4999	3,5401	40,2	30	3,6928	3,6928	30,9
6	3,2040	3,2309	26,9	31	3,4392	3,4392	24,6
7	3,3791	3,4142	35,1	32	3,1026	3,1026	28,1
8	3,8972	3,9150	17,8	33	3,3576	3,3576	26,9
9	3,0722	3,0998	27,6	34	3,5952	3,5952	28,5
10	3,6907	3,7198	29,1	35	3,5254	3,5254	25,8
11	3,3705	3,4004	29,9	36	3,1044	3,1044	26,5
12	2,6766	2,7097	33,1	37	3,5226	3,5226	27,7
13	3,0981	3,1254	27,3	38	3,1682	3,1682	24,8
14	3,3411	3,3682	27,1	39	3,8451	3,8451	16,8
15	4,0855	4,1074	21,9	40	3,9857	3,9857	29,4
16	3,2152	3,2442	29,0	41	3,9001	3,9001	21,6
17	2,7702	2,7991	28,9	42	2,8586	2,8586	23,5
18	3,9917	4,0211	29,4	43	3,1285	3,1285	26,4
19	3,6031	3,6287	25,6	44	3,0785	3,0785	26,7
20	3,2397	3,2701	30,4	45	2,9365	2,9365	28,7
21	4,7436	4,7666	23,0	46	4,3875	4,3875	27,1
22	3,3524	3,3783	25,9	47	3,3394	3,3394	25,4
23	4,6725	4,6990	26,5	48	2,9633	2,9633	31,2
24	3,0851	3,1120	26,9	49	3,5502	3,5502	28,1
25	2,0426	2,0697	27,1	50	3,4933	3,4933	27,5

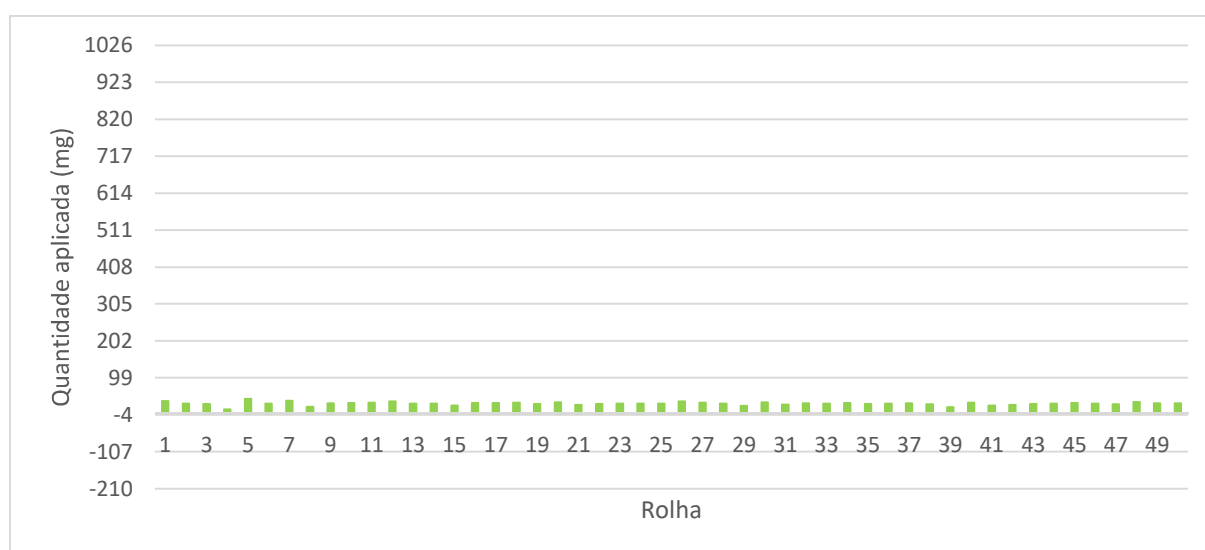


Figura A.9: Representação gráfica da quantidade de produto aplicado por cada rolha numerada do ensaio 2 (despoeiradas).

Tabela A.10: Força de extração de cada rolha numerada do ensaio 2 (não despoeiradas).

Rolha	Força de extração (daN)	Rolha	Força de extração (daN)
1	23,5	26	18,9
2	13,8	27	26,4
3	28,8	28	31,3
4	24,4	29	23,4
5	27,0	30	28,4
6	25,1	31	28,7
7	22,2	32	24,1
8	25,9	33	24,6
9	25,3	34	25,5
10	26,2	35	25,8
11	26,0	36	22,1
12	20,1	37	14,6
13	23,4	38	26,7
14	25,9	39	25,7
15	31,5	40	30,9
16	27,7	41	22,6
17	21,8	42	18,0
18	34,5	43	21,9
19	27,3	44	14,7
20	27,2	45	13,4
21	28,8	46	25,5
22	27,1	47	29,9
23	34,2	48	18,3
24	21,3	49	24,1
25	12,9	50	22,1

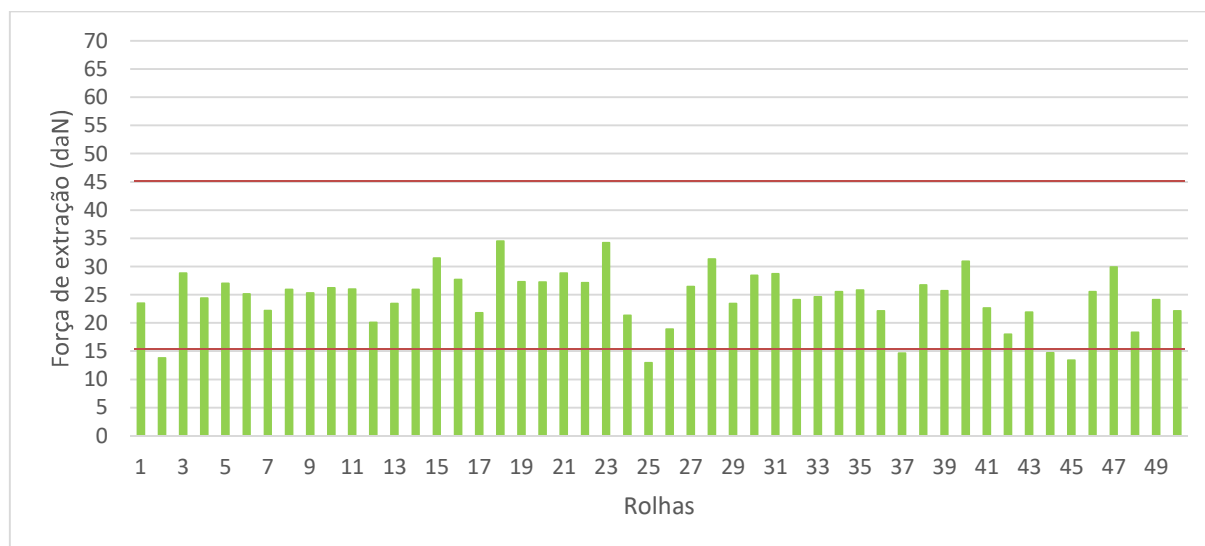


Figura A.10: Representação gráfica da força de extração de cada rolha numerada do ensaio 2 (não despoeiradas).



Tabela A.11: Migração de cada rolha numerada do ensaio 2 (não despoeiradas).

Rolha	Migração (mm)	Rolha	Migração (mm)
1	0	26	20
2	17	27	0
3	0	28	0
4	0	29	0
5	0	30	0
6	0	31	0
7	0	32	0
8	0	33	0
9	0	34	0
10	0	35	0
11	10	36	0
12	8	37	30
13	0	38	0
14	20	39	10
15	0	40	0
16	0	41	0
17	0	42	0
18	0	43	0
19	0	44	0
20	0	45	40
21	0	46	20
22	0	47	0
23	0	48	0
24	0	49	0
25	15	50	0

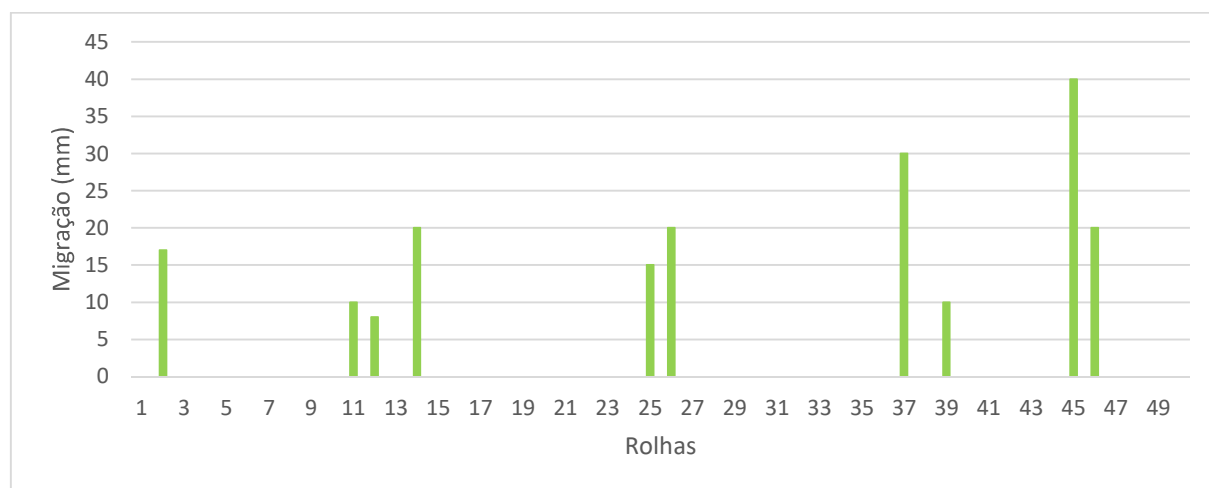


Figura A.11: Representação gráfica da migração de solução em cada rolha numerada do ensaio 2 (não despoeiradas).

Tabela A.12: Absorção de solução de cada rolha numerada do ensaio 2 (não despoeiradas).

Rolha	Massa inicial (g)	Massa final (g)	Absorção (%)	Rolha	Massa inicial (g)	Massa final (g)	Absorção (%)
1	3,01	3,04	1,00	26	3,35	3,59	7,16
2	3,03	3,17	4,62	27	3,17	3,23	1,89
3	3,75	3,78	0,80	28	3,59	3,64	1,39
4	3,41	3,44	0,88	29	3,76	3,82	1,60
5	3,54	3,57	0,85	30	3,69	3,76	1,90
6	3,23	3,27	1,24	31	3,44	3,47	0,87
7	3,41	3,42	0,29	32	3,09	3,13	1,29
8	3,92	4,00	2,04	33	3,35	3,64	8,66
9	3,10	3,15	1,61	34	3,59	3,63	1,11
10	3,72	3,78	1,61	35	3,53	3,56	0,85
11	3,41	3,50	2,64	36	3,11	3,13	0,64
12	2,72	2,80	2,94	37	3,53	3,83	8,50
13	3,14	3,16	0,64	38	3,18	3,22	1,26
14	3,37	3,44	2,08	39	3,85	3,93	2,08
15	4,12	4,15	0,73	40	3,98	4,01	0,75
16	3,25	3,28	0,92	41	3,90	3,99	2,31
17	2,81	2,91	3,56	42	2,87	2,90	1,05
18	4,03	4,09	1,49	43	3,13	3,16	0,96
19	3,64	3,74	2,75	44	3,09	3,11	0,65
20	3,28	3,33	1,52	45	2,95	3,29	11,53
21	4,77	4,94	3,56	46	4,39	4,64	5,69
22	3,38	3,44	1,78	47	3,35	3,38	0,90
23	4,71	4,85	2,97	48	2,97	2,98	0,34
24	3,12	3,17	1,60	49	3,55	3,61	1,69
25	2,08	2,15	3,37	50	3,50	3,56	1,71

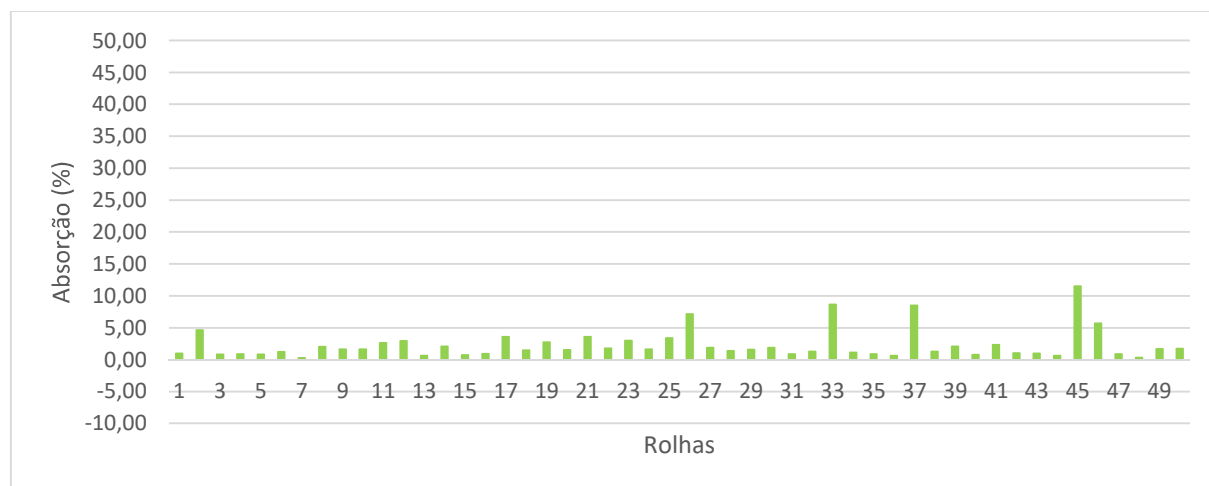


Figura A.12: Representação gráfica da absorção de solução de cada rolha numerada do ensaio 2 (não despoeiradas).

## Anexo A.4. Ensaio 3

Tabela A.13: Quantidade de produto aplicada em cada rolha numerada do ensaio 3.

Rolha	Massa inicial (g)	Massa final (g)	Quantidade de produto aplicado (mg)	Rolha	Massa inicial (g)	Massa final (g)	Quantidade de produto aplicado (mg)
1	2,9527	2,9287	-24,0	26	4,4596	4,4016	-58,0
2	3,7277	3,691	-36,7	27	3,4070	3,3817	-25,3
3	3,2276	3,1982	-29,4	28	3,8210	3,7936	-27,4
4	2,9187	3,9245	1005,8	29	3,6733	3,6378	-35,5
5	3,5697	3,5485	-21,2	30	3,0305	3,0059	-24,6
6	3,6779	3,6505	-27,4	31	3,8594	3,8203	-39,1
7	2,9462	2,9201	-26,1	32	3,0784	3,0527	-25,7
8	3,8332	3,7809	-52,3	33	3,8728	3,8497	-23,1
9	4,1301	4,1001	-30,0	34	3,3537	3,3402	-13,5
10	3,1939	3,1620	-31,9	35	3,6242	3,5789	-45,3
11	3,6141	3,5824	-31,7	36	2,7839	2,7689	-15,0
12	3,3807	3,3522	-28,5	37	5,5540	5,5043	-49,7
13	3,4936	3,4723	-21,3	38	4,1036	4,0748	-28,8
14	4,7704	4,7019	-68,5	39	3,5227	3,4927	-30,0
15	2,7565	2,8186	62,1	40	3,2763	3,2512	-25,1
16	3,1224	3,1026	-19,8	41	3,1109	3,0859	-25,0
17	3,7446	3,7173	-27,3	42	3,6518	3,6190	-32,8
18	3,5584	3,5198	-38,6	43	3,8271	3,7841	-43,0
19	3,4895	3,4434	-46,1	44	3,3389	3,3153	-23,6
20	2,9415	2,9205	-21,0	45	3,3934	3,3604	-33,0
21	2,9967	2,9791	-17,6	46	3,9203	3,8878	-32,5
22	3,9713	3,9218	-49,5	47	3,1450	3,1077	-37,3
23	3,5059	3,4842	-21,7	48	3,1516	3,1235	-28,1
24	3,5696	3,5396	-30,0	49	3,4127	3,3805	-32,2
25	4,4596	4,4016	-58,0	50	2,8134	2,7927	-20,7

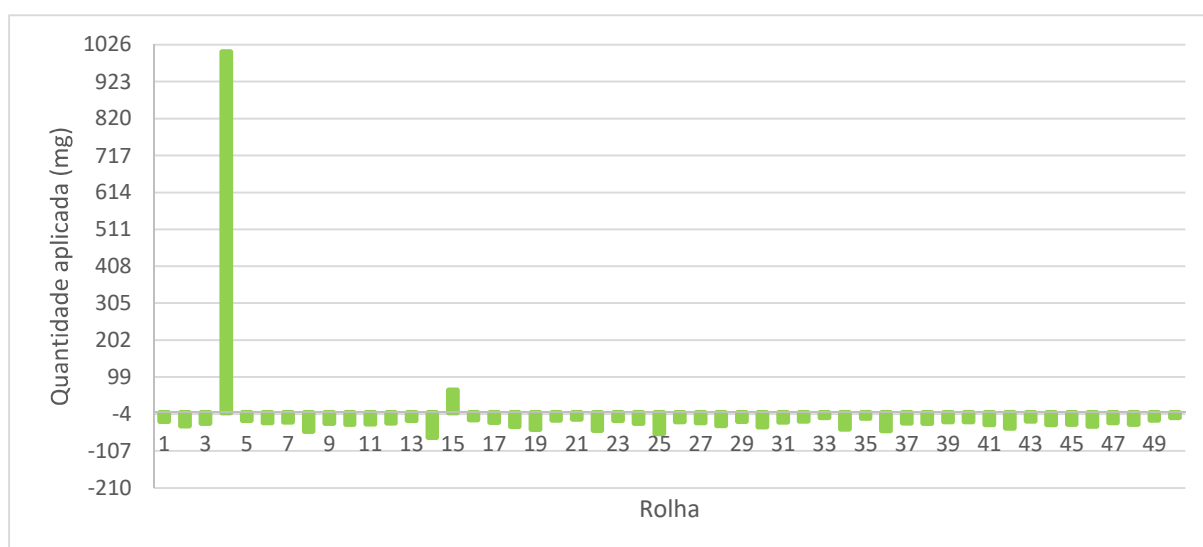


Figura A.13: Representação gráfica da quantidade de produto aplicada em cada rolha numerada do ensaio 3.

Tabela A.14: Força de extração de cada rolha numerada do ensaio 3.

Rolha	Força de extração (daN)	Rolha	Força de extração (daN)
1	31,4	26	44,8
2	41,6	27	49,5
3	38,4	28	46,2
4	43,7	29	40,5
5	54,5	30	49,8
6	45,0	31	32,0
7	30,2	32	37,5
8	40,8	33	57,1
9	45,8	34	48,0
10	32,1	35	19,9
11	42,6	36	46,0
12	56,3	37	42,6
13	39,4	38	43,7
14	37,1	39	30,9
15	52,1	40	43,6
16	43,7	41	46,4
17	56,8	42	43,0
18	53,3	43	41,2
19	45,4	44	39,6
20	40,9	45	45,6
21	35,7	46	33,0
22	47,2	47	33,4
23	39,4	48	39,3
24	37,8	49	32,1
25	45,6	50	39,8

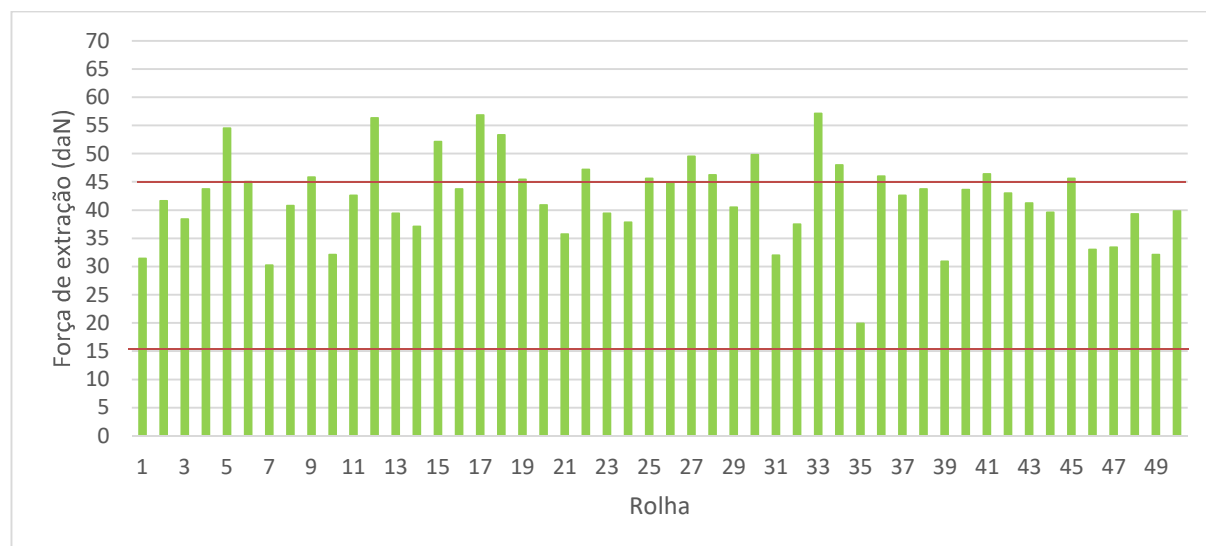


Figura A.14: Representação gráfica da força de extração em cada rolha numerada do ensaio 3.

Tabela A.15: Migração de solução em cada rolha numerada do ensaio 3.

Rolha	Migração (mm)	Rolha	Migração (mm)
1	10	26	11
2	10	27	6
3	3	28	6
4	0	29	8
5	0	30	6
6	0	31	0
7	10	32	11
8	5	33	0
9	21	34	6
10	21	35	41
11	11	36	4
12	13	37	0
13	19	38	0
14	7	39	13
15	19	40	0
16	7	41	3
17	16	42	0
18	30	43	0
19	30	44	13
20	17	45	0
21	4	46	12
22	16	47	7
23	6	48	0
24	28	49	0
25	10	50	14

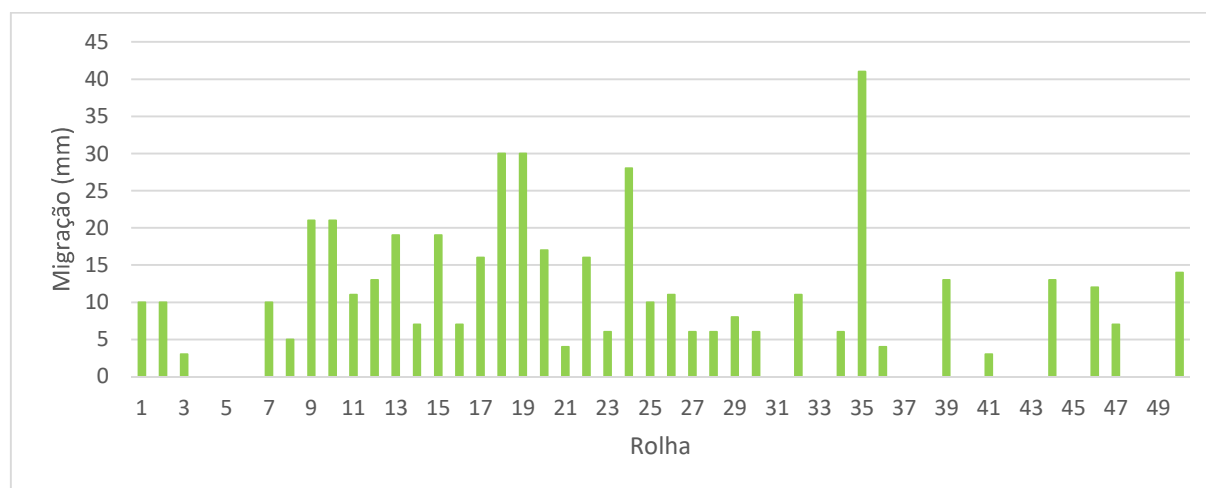


Figura A.15: Representação da migração de solução em cada rolha numerada do ensaio 3.

Tabela A.16: Absorção de solução em cada rolha numerada do ensaio 3.

Rolha	Massa inicial (g)	Massa final (g)	Absorção (%)	Rolha	Massa inicial (g)	Massa final (g)	Absorção (%)
1	2,93	3,15	7,51	26	3,78	3,44	-8,99
2	3,69	3,74	1,36	27	3,64	3,84	5,49
3	3,20	3,28	2,50	28	3,00	3,71	23,67
4	2,92	2,94	0,68	29	3,83	3,89	1,57
5	3,54	3,60	1,69	30	3,04	3,89	27,96
6	3,64	3,68	1,10	31	3,85	3,9	1,30
7	2,92	2,96	1,37	32	3,34	3,92	17,37
8	3,78	3,74	-1,06	33	3,58	3,69	3,07
9	4,09	4,09	0,00	34	2,76	3,00	8,70
10	3,16	3,22	1,90	35	3,51	3,64	3,70
11	3,58	3,68	2,79	36	4,06	4,57	12,56
12	3,35	3,36	0,30	37	3,49	4,12	18,05
13	3,47	3,52	1,44	38	3,23	4,00	23,84
14	4,72	5,14	8,90	39	3,08	3,3	7,14
15	2,82	2,82	0,00	40	3,61	3,74	3,60
16	3,10	3,10	0,00	41	3,79	3,86	1,85
17	3,72	3,78	1,61	42	3,29	3,84	16,72
18	3,50	3,70	5,71	43	3,37	3,43	1,78
19	3,46	3,64	5,20	44	3,87	3,91	1,03
20	2,93	3,02	3,07	45	3,11	3,93	26,37
21	3,92	3,93	0,26	46	3,11	3,31	6,43
22	3,48	4,03	15,80	47	3,38	3,45	2,07
23	3,54	3,54	0,00	48	2,79	3,46	24,01
24	4,41	4,68	6,12	49	3,15	3,83	21,59
25	3,38	4,90	44,97	50	3,8	4,2	10,53

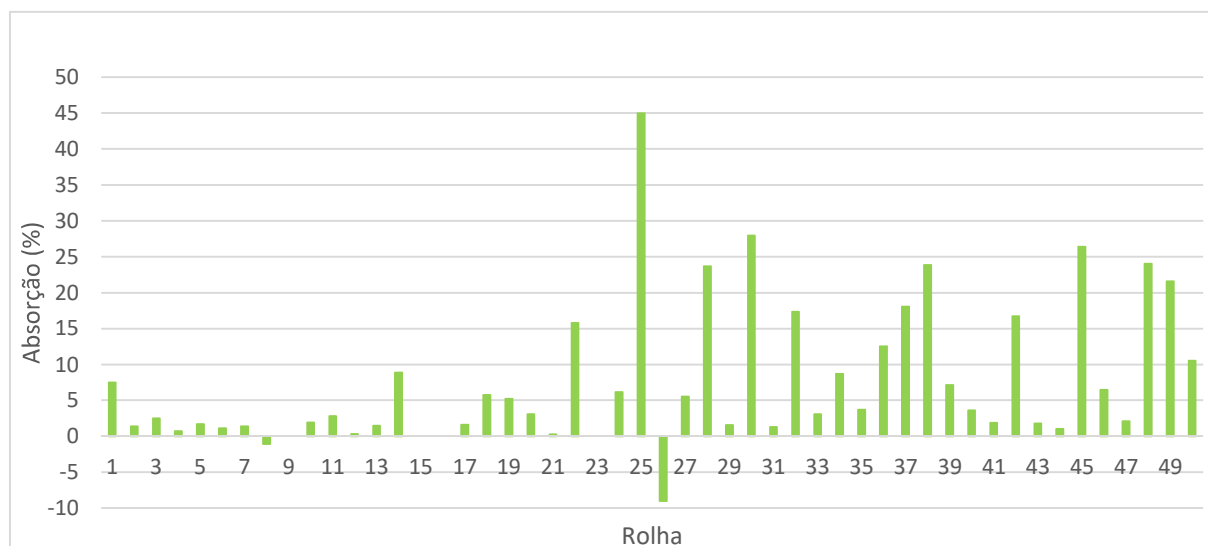


Figura A.16: Representação gráfica da absorção de solução em cada rolha numerada do ensaio 3.

## Anexo A.5. Ensaio 3.R1

Tabela A.17: Quantidade de produto aplicada em cada rolha numerada do ensaio 3.R1

Rolha	Massa inicial (g)	Massa final (g)	Quantidade de produto aplicado (mg)	Rolha	Massa inicial (g)	Massa final (g)	Quantidade de produto aplicado (mg)
1	3,4586	3,4470	-11,6	26	3,4190	3,4066	-12,4
2	3,1128	3,1047	-8,1	27	3,8042	3,7934	-10,8
3	3,2557	3,2435	-12,2	28	3,9059	3,8878	-18,1
4	3,4487	3,4350	-13,7	29	3,3938	3,3852	-8,6
5	3,3145	3,2997	-14,8	30	3,4922	3,4833	-8,9
6	3,1743	3,1651	-9,2	31	3,8879	3,8715	-16,4
7	2,7575	2,7514	-6,1	32	3,1255	3,1153	-10,2
8	3,5604	3,5549	-5,5	33	3,4562	3,4415	-14,7
9	3,2970	3,2813	-15,7	34	3,4635	3,4515	-12,0
10	3,2557	3,2416	-14,1	35	3,2638	3,2569	-6,9
11	3,6949	3,6854	-9,5	36	3,2932	3,2845	-8,7
12	3,4968	3,4890	-7,8	37	3,5039	3,4955	-8,4
13	3,8373	3,8313	-6,0	38	3,1217	3,1154	-6,3
14	2,9467	2,9423	-4,4	39	2,5935	2,5890	-4,5
15	3,2087	3,1971	-11,6	40	3,7115	3,6992	-12,3
16	3,3811	3,3716	-9,5	41	3,0859	3,0781	-7,8
17	3,5683	3,5574	-10,9	42	3,6606	3,6493	-11,3
18	2,9839	2,9754	-8,5	43	3,3831	3,3679	-15,2
19	3,2540	3,2457	-8,3	44	3,2616	3,2570	-4,6
20	3,5319	3,5230	-8,9	45	3,6021	3,5960	-6,1
21	3,2908	3,2790	-11,8	46	3,0928	3,0882	-4,6
22	3,3212	3,3146	-6,6	47	3,9023	3,6930	-209,3
23	4,0814	4,0706	-10,8	48	3,3657	3,3507	-15,0
24	4,0075	4,0007	-6,8	49	3,3153	3,3033	-12,0
25	3,3864	3,3741	-12,3	50	3,0128	3,0078	-5,0

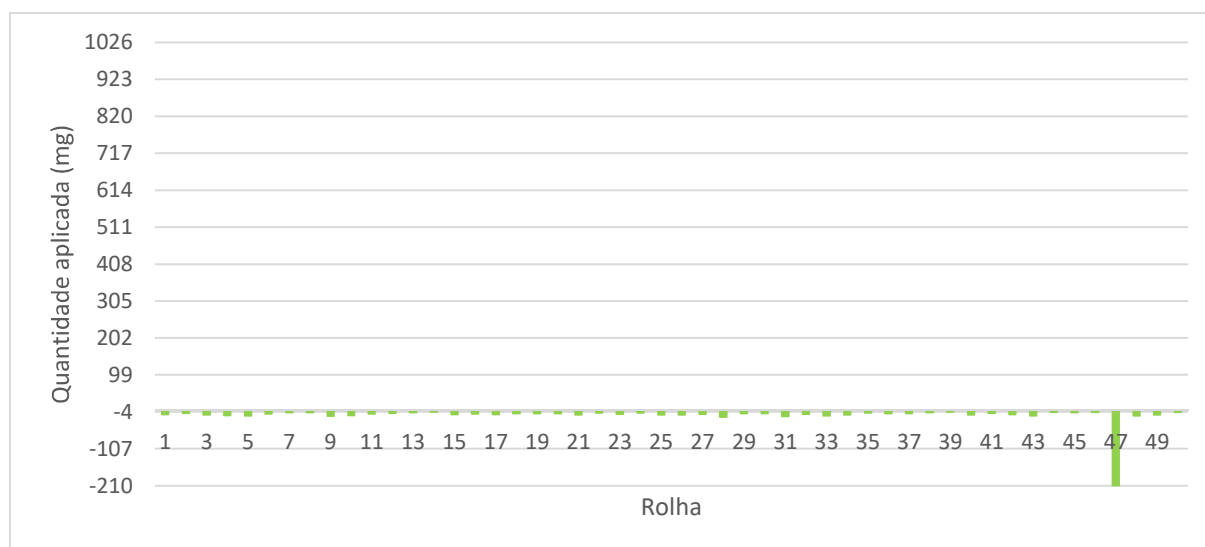


Figura A.17: Representação da quantidade de produto aplicada em cada rolha numerada do ensaio 3.R1.

Tabela A.18: Força de extração de cada rolha numerada do ensaio 3.R1.

Rolha	Força de extração (daN)	Rolha	Força de extração (daN)
1	28,0	26	40,0
2	36,4	27	47,3
3	30,9	28	40,4
4	43,6	29	42,1
5	43,0	30	39,5
6	31,4	31	38,4
7	40,6	32	48,4
8	41,3	33	40,8
9	40,2	34	35,9
10	43,8	35	40,7
11	36,5	36	36,5
12	7,2	37	31,9
13	35,9	38	35,9
14	38,8	39	21,5
15	39,6	40	41,3
16	43,3	41	36,5
17	36,6	42	37,7
18	38,0	43	48,9
19	38,1	44	40,4
20	31,5	45	44,2
21	32,7	46	32,8
22	32,7	47	36,2
23	48,0	48	36,2
24	45,1	49	34,1
25	39,6	50	33,7

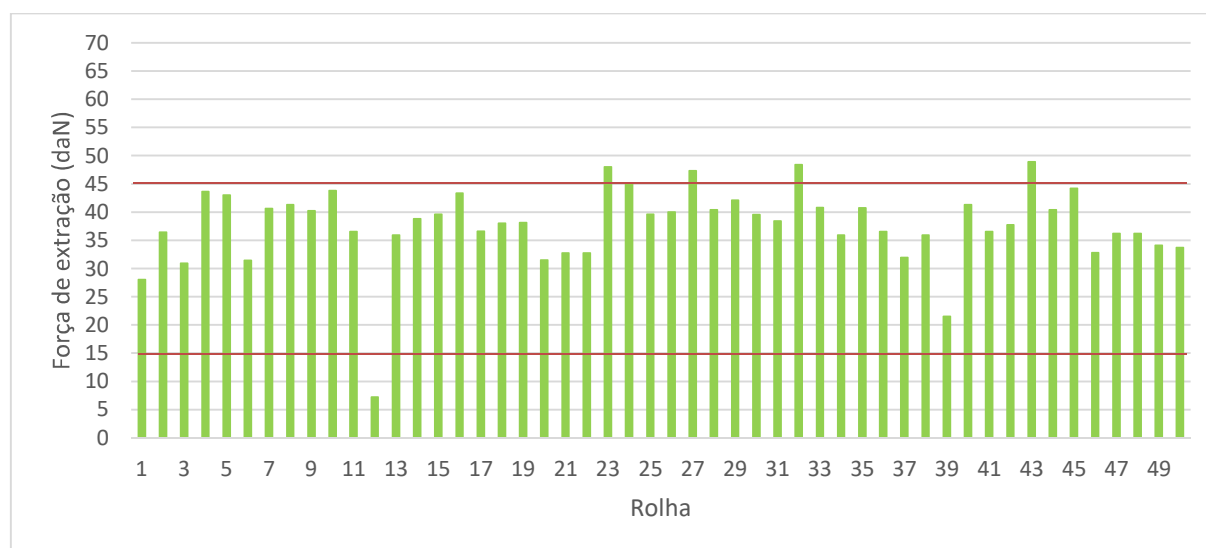


Figura A.18: Representação gráfica da força de extração de cada rolha numerada do ensaio 3.R1.



Tabela A.19: Migração de solução em cada rolha numerada do ensaio 3.R1.

Rolha	Migração (mm)	Rolha	Migração (mm)
1	3	26	4
2	3	27	5
3	8	28	6
4	0	29	4
5	13	30	7
6	3	31	9
7	8	32	21
8	3	33	3
9	5	34	9
10	3	35	3
11	15	36	9
12	0	37	13
13	9	38	10
14	5	39	7
15	8	40	9
16	12	41	3
17	9	42	5
18	0	43	9
19	5	44	7
20	7	45	3
21	22	46	13
22	22	47	20
23	8	48	3
24	7	49	3
25	4	50	10

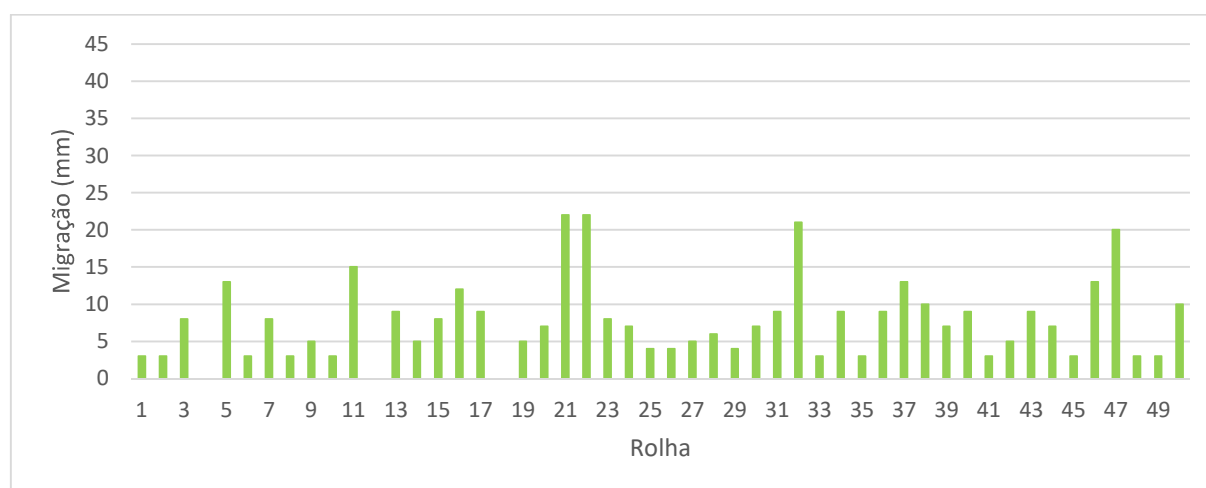


Figura A.19: Representação gráfica da migração de solução em cada rolha numerada do ensaio 3.R1.

Tabela A.20: Absorção de solução em cada rolha numerada do ensaio 3.R1.

Rolha	Massa inicial (g)	Massa final (g)	Absorção (%)	Rolha	Massa inicial (g)	Massa final (g)	Absorção (%)
1	3,45	3,51	1,74	26	3,41	3,46	1,47
2	3,11	3,15	1,29	27	3,80	3,85	1,32
3	3,25	3,28	0,92	28	3,90	3,95	1,28
4	3,44	3,41	-0,87	29	3,39	3,40	0,29
5	3,31	3,34	0,91	30	3,49	3,54	1,43
6	3,17	3,30	4,10	31	3,87	3,94	1,81
7	2,76	2,79	1,09	32	3,12	3,26	4,49
8	3,56	3,61	1,40	33	3,45	3,46	0,29
9	3,29	3,31	0,61	34	3,46	3,55	2,60
10	3,25	3,30	1,54	35	3,26	3,54	8,59
11	3,68	3,75	1,90	36	3,29	3,35	1,82
12	3,49	3,60	3,15	37	3,50	3,53	0,86
13	3,84	3,86	0,52	38	3,13	3,21	2,56
14	2,95	2,98	1,02	39	2,60	2,64	1,54
15	3,20	3,22	0,63	40	3,72	3,83	2,96
16	3,37	3,77	11,87	41	3,09	4,40	42,39
17	3,57	3,62	1,40	42	3,67	3,72	1,36
18	2,98	2,99	0,34	43	4,38	4,52	3,20
19	3,26	3,31	1,53	44	3,26	3,31	1,53
20	3,54	3,57	0,85	45	3,60	3,65	1,39
21	3,29	3,36	2,13	46	3,09	3,13	1,29
22	3,32	3,40	2,41	47	3,71	3,78	1,89
23	4,09	4,14	1,22	48	3,36	3,42	1,79
24	4,01	4,05	1,00	49	3,32	3,41	2,71
25	3,39	3,44	1,47	50	3,02	3,05	0,99

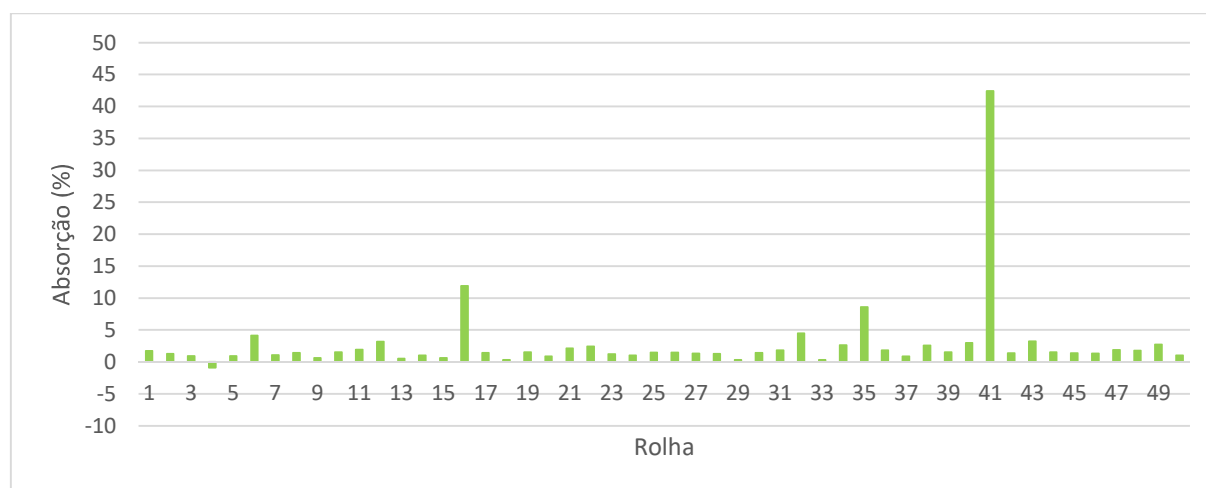


Figura A.20: Representação gráfica da absorção de solução em cada rolha numerada do ensaio 3.R1.

## Anexo A.6. Ensaio 3.R2

Tabela A.21: Quantidade de produto aplicada em cada rolha numerada do ensaio 3.R2.

Rolha	Massa inicial (g)	Massa final (g)	Quantidade de produto aplicado (mg)	Rolha	Massa inicial (g)	Massa final (g)	Quantidade de produto aplicado (mg)
1	3,3694	3,3577	-11,70	26	3,3174	3,2974	-20,00
2	3,4031	3,3844	-18,70	27	3,4824	3,4699	-12,50
3	3,2755	3,2645	-11,00	28	3,5112	3,4924	-18,80
4	2,8712	2,8585	-12,70	29	3,3853	3,3655	-19,80
5	2,8216	2,8167	-4,90	30	3,4110	3,4019	-9,10
6	3,2417	3,2282	-13,50	31	3,8864	3,8766	-9,80
7	3,3819	3,3669	-15,00	32	3,0218	3,0033	-18,50
8	3,3942	3,3847	-9,50	33	3,1317	3,1164	-15,30
9	3,5648	3,5546	-10,20	34	3,2325	3,2153	-17,20
10	3,4991	3,4920	-7,10	35	3,3884	3,3751	-13,30
11	3,1176	3,1002	-17,40	36	3,7201	3,7042	-15,90
12	3,8679	3,8442	-23,70	37	3,0956	3,0767	-18,90
13	3,8725	3,8525	-20,00	38	3,3482	3,3362	-12,00
14	3,2002	3,1932	-7,00	39	3,6566	3,6294	-27,20
15	3,4772	3,4672	-10,00	40	3,1643	3,1548	-9,50
16	3,0676	3,0605	-7,10	41	3,3594	3,3554	-4,00
17	3,3677	3,3601	-7,60	42	3,6236	3,6145	-9,10
18	3,1303	3,124	-6,30	43	3,2370	3,2248	-12,20
19	3,3326	3,3178	-14,80	44	3,1323	3,1181	-14,20
20	3,8237	3,7968	-26,90	45	3,4102	3,4039	-6,30
21	3,3407	3,2790	-11,8	46	3,0928	3,0882	-4,6
22	3,3761	3,3146	-6,6	47	3,9023	3,6930	-209,3
23	3,3295	4,0706	-10,8	48	3,3657	3,3507	-15,0
24	3,1997	4,0007	-6,8	49	3,3153	3,3033	-12,0
25	3,5601	3,3741	-12,3	50	3,0128	3,0078	-5,0

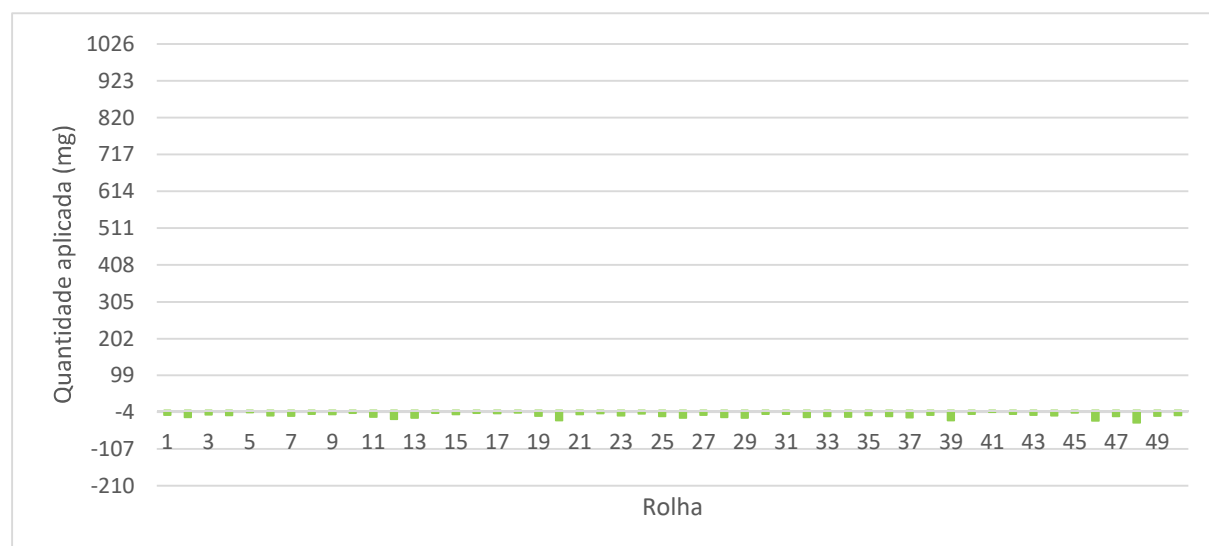


Figura A.21: Representação gráfica da quantidade de produto aplicada em cada rolha numerada do ensaio 3.R2.

Tabela A.22: Força de extração de cada rolha numerada do ensaio 3.R2.

Rolha	Força de extração (daN)	Rolha	Força de extração (daN)
1	42,2	26	37,8
2	37,5	27	43,0
3	35,4	28	32,4
4	29,3	29	39,9
5	39,5	30	49,1
6	64,9	31	27,0
7	34,2	32	38,1
8	45,1	33	35,9
9	46,1	34	33,8
10	42,2	35	38,3
11	34,1	36	42,8
12	45,2	37	37,9
13	46,7	38	43,4
14	39,5	39	22,4
15	42,0	40	44,1
16	36,3	41	44,1
17	38,8	42	39,1
18	35,2	43	42,6
19	43,6	44	38,0
20	41,8	45	35,3
21	42,2	46	28,2
22	42,2	47	38,0
23	40,2	48	43,1
24	34,7	49	40,4
25	39,0	50	31,9

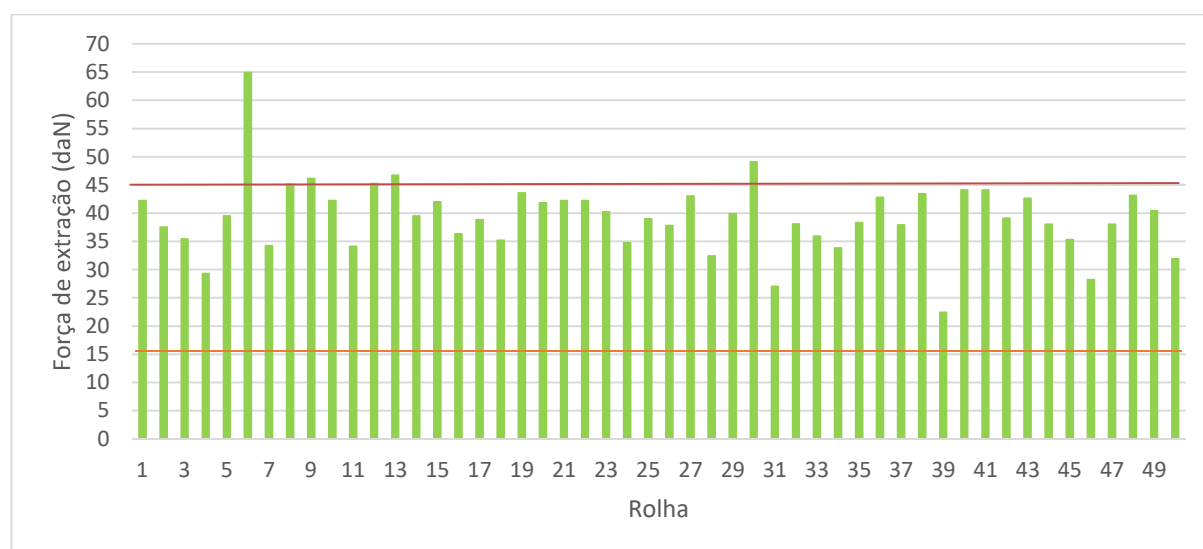


Figura A.22: Representação gráfica da força de extração de cada rolha numerada do ensaio 3.R2.

Tabela A.23: Migração de solução em cada rolha numerada do ensaio 3.R2.

Rolha	Migração (mm)	Rolha	Migração (mm)
1	8	26	0
2	5	27	0
3	2	28	0
4	4	29	6
5	4	30	0
6	0	31	38
7	0	32	5
8	0	33	0
9	9	34	0
10	6	35	3
11	6	36	3
12	0	37	13
13	4	38	0
14	4	39	0
15	7	40	0
16	6	41	2
17	22	42	0
18	10	43	0
19	0	44	0
20	0	45	12
21	6	46	29
22	3	47	0
23	0	48	0
24	0	49	0
25	5	50	26

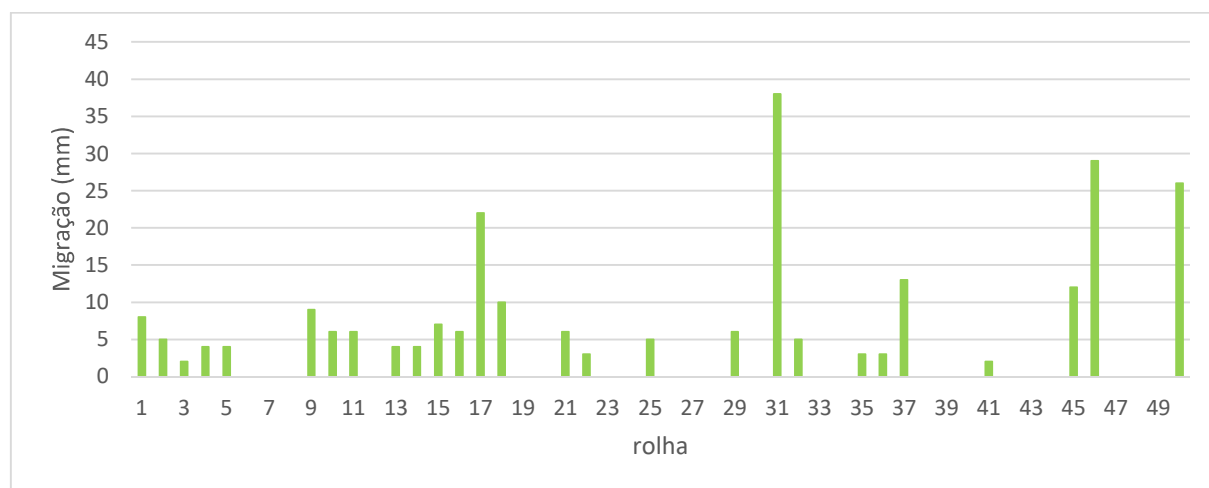


Figura A.23: Representação gráfica da migração de solução em cada rolha numerada do ensaio 3.R2.

## Anexo A.7. Ensaio 4

Tabela A.24: Quantidade de produto aplicada em cada rolha numerada do ensaio 4.

Rolha	Massa inicial (g)	Massa final (g)	Quantidade de produto aplicada (mg)	Rolha	Massa inicial (g)	Massa final (g)	Quantidade de produto aplicada (mg)
1	3,2867	3,2809	-5,8	26	3,0619	3,0648	2,9
2	3,2568	3,2588	2,0	27	2,9706	2,9836	13
3	3,1275	3,1299	2,4	28	3,1435	3,1439	0,4
4	3,5003	3,5125	12,2	29	4,3611	4,3426	-18,5
5	3,1567	3,1481	-8,6	30	3,7581	3,7330	-25,1
6	3,6221	3,6294	7,3	31	2,9956	2,9989	3,3
7	3,3786	3,3770	-1,6	32	3,4379	3,4499	12,0
8	3,2014	3,2086	7,2	33	3,4598	3,4595	-0,3
9	3,3434	3,3453	1,9	34	2,9220	2,9270	5,0
10	3,5240	3,5248	0,8	35	3,2671	3,2784	11,3
11	3,3946	3,3904	-4,2	36	4,5184	4,5119	-6,5
12	3,7155	3,7252	9,7	37	3,1904	3,1901	-0,3
13	2,8896	2,8957	6,1	38	3,1979	3,2137	15,8
14	3,6577	3,6549	-2,8	39	3,5794	3,5809	1,5
15	4,1555	4,1451	-10,4	40	4,3016	4,3012	-0,4
16	3,8873	3,8941	6,8	41	3,0538	3,0548	1,0
17	4,1139	4,1146	0,7	42	2,5430	2,5542	11,2
18	3,0899	3,0985	8,6	43	3,9897	3,9859	-3,8
19	3,4442	3,4486	4,4	44	3,1222	3,1246	2,4
20	3,3295	3,3361	6,6	45	3,1146	3,1235	8,9
21	3,0713	3,0781	6,8	46	3,4138	3,4186	4,8
22	3,2948	3,2938	-1,0	47	3,9117	3,9110	-0,7
23	2,9160	2,9193	3,3	48	3,9398	3,9402	0,4
24	3,5177	3,5254	7,7	49	3,2628	3,2797	16,9
25	2,6510	2,6563	5,3	50	3,2182	3,2289	10,7

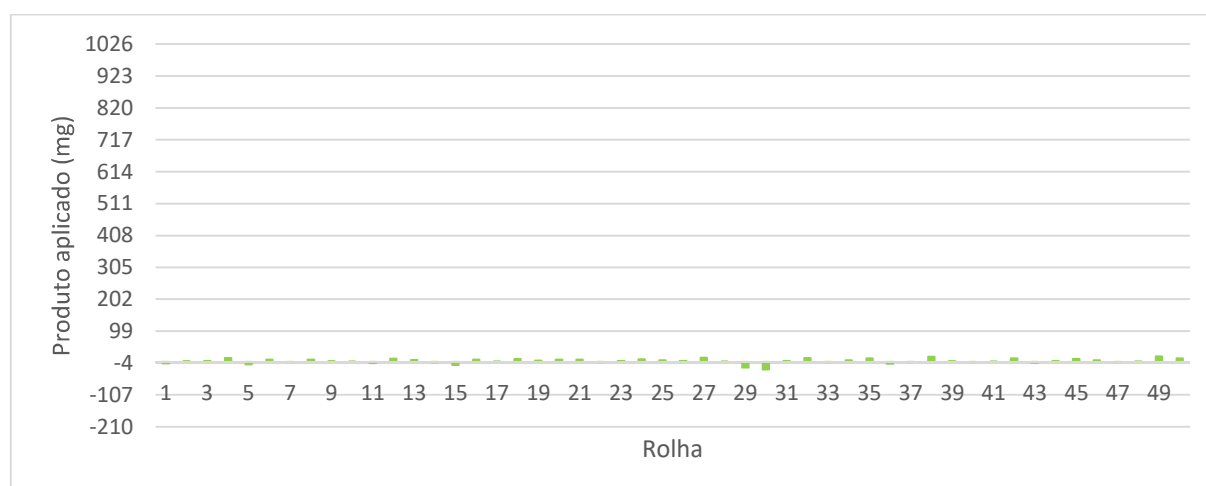


Figura A.24: Representação gráfica da quantidade de produto aplicada em cada rolha numerada do ensaio 4.

Tabela A.25: Força de extração de cada rolha numerada do ensaio 4.

Rolha	Força de extração (daN)	Rolha	Força de extração (daN)
1	25,4	26	22,5
2	28,3	27	23,8
3	20,0	28	24,5
4	30,4	29	29,8
5	46,1	30	28,2
6	27,2	31	21,5
7	24,0	32	19,9
8	24,8	33	29,0
9	27,5	34	20,9
10	28,6	35	26,1
11	25,9	36	33,5
12	24,4	37	19,2
13	20,3	38	18,6
14	28,8	39	28,1
15	27,5	40	28,8
16	28,7	41	23,7
17	31,5	42	15,3
18	24,5	43	35,6
19	26,3	44	25,4
20	22,0	45	23,5
21	18,2	46	20,3
22	20,8	47	31,1
23	23,9	48	29,6
24	27,1	49	20,2
25	17,8	50	24,4

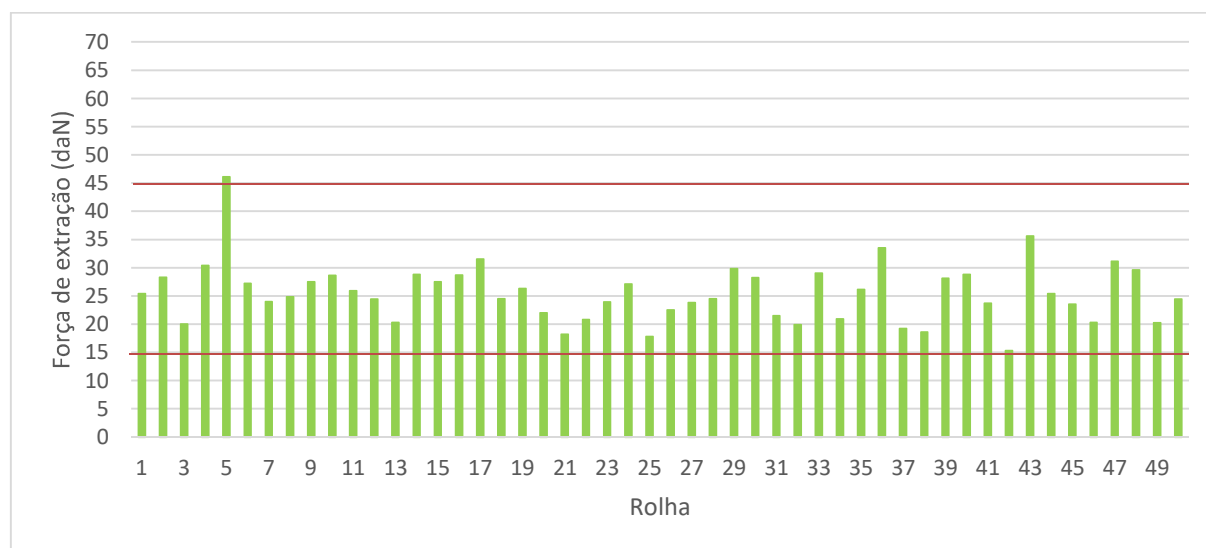


Figura A.25: Representação gráfica da força de extração de cada rolha numerada do ensaio 4.

Tabela A.26: Migração de solução corada de cada rolha numerada do ensaio 4.

Rolha	Migração (mm)	Rolha	Migração (mm)
1	0	26	4
2	0	27	4
3	20	28	5
4	0	29	4
5	6	30	12
6	6	31	13
7	4	32	32
8	6	33	2
9	4	34	6
10	7	35	3
11	4	36	11
12	3	37	29
13	8	38	45
14	8	39	7
15	9	40	3
16	8	41	0
17	3	42	8
18	0	43	0
19	14	44	11
20	1	45	3
21	7	46	29
22	9	47	7
23	10	48	8
24	45	49	0
25	4	50	6

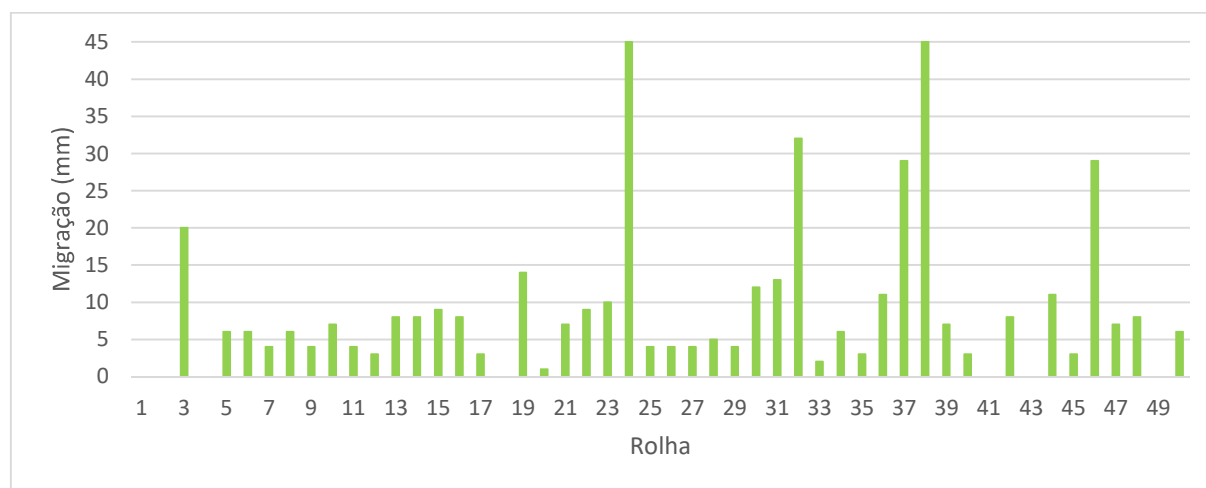


Figura A.26: Representação gráfica da migração de solução em cada rolha numerada do ensaio 4.



Tabela A.27: Absorção de solução corada de cada rolha numerada do ensaio 4.

Rolha	Massa inicial (g)	Massa final (g)	Absorção (%)	Rolha	Massa inicial (g)	Massa final (g)	Absorção (%)
1	3,28	3,31	0,91	26	3,06	3,00	-1,96
2	3,25	3,29	1,23	27	2,99	3,02	1,00
3	3,13	3,18	1,60	28	3,15	3,19	1,27
4	3,51	3,54	0,85	29	4,36	4,89	12,16
5	3,15	3,17	0,63	30	3,74	3,81	1,87
6	3,62	3,68	1,66	31	3,00	3,06	2,00
7	3,38	3,44	1,78	32	3,46	3,56	2,89
8	3,2	3,23	0,94	33	3,47	3,54	2,02
9	3,34	3,39	1,50	34	2,93	3,02	3,07
10	3,52	3,55	0,85	35	3,28	3,32	1,22
11	3,39	3,43	1,18	36	3,52	4,59	30,40
12	3,71	3,75	1,08	37	3,20	3,44	7,50
13	2,9	2,99	3,10	38	3,20	3,54	10,63
14	3,66	3,70	1,09	39	3,59	3,64	1,39
15	4,16	4,39	5,53	40	4,29	4,37	1,86
16	3,89	3,96	1,80	41	3,06	3,13	2,29
17	4,11	4,16	1,22	42	2,55	2,58	1,18
18	3,11	3,15	1,29	43	3,99	4,06	1,75
19	3,43	3,50	2,04	44	3,12	3,18	1,92
20	3,34	3,38	1,20	45	3,13	3,19	1,92
21	3,09	3,13	1,29	46	3,42	3,70	8,19
22	3,3	3,33	0,91	47	3,91	3,96	1,28
23	2,93	2,98	1,71	48	3,94	4,08	3,55
24	3,53	3,61	2,27	49	3,27	3,34	2,14
25	2,66	2,71	1,88	50	3,23	3,28	1,55

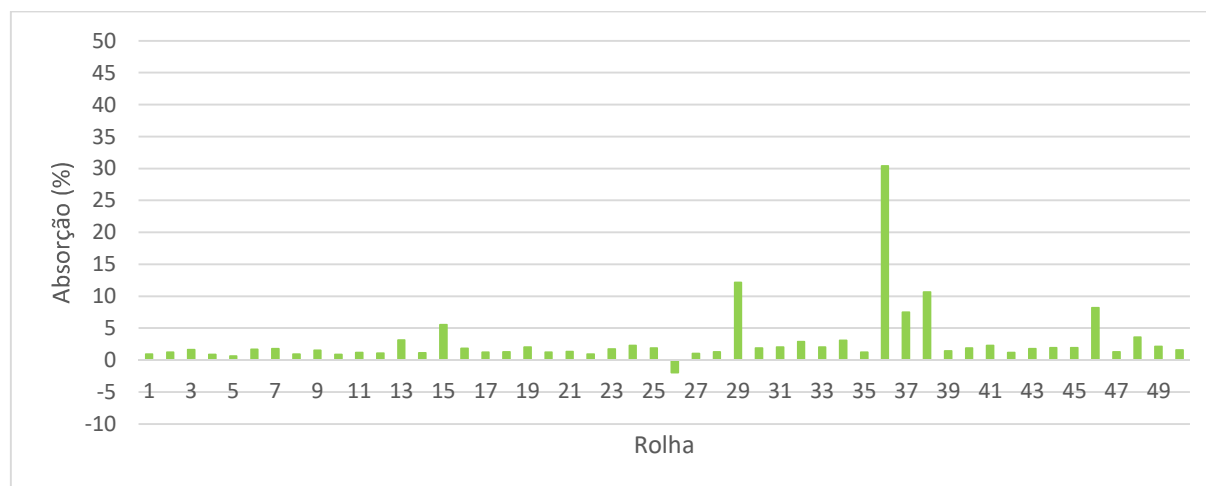


Figura A.27: Representação gráfica da absorção de solução em cada rolha numerada do ensaio 4.

## Anexo A.8. Ensaio 5

Tabela A.28: Quantidade de produto aplicada em cada rolha numerada do ensaio 5.

Rolha	Massa inicial (g)	Massa final (g)	Quantidade de produto aplicado (mg)	Rolha	Massa inicial (g)	Massa final (g)	Quantidade de produto aplicado (mg)
1	3,4669	3,4684	1,5	26	3,7540	3,7547	0,7
2	3,1950	3,1945	-0,5	27	3,8347	3,8372	2,5
3	3,4455	3,4475	2,0	28	3,5714	3,5644	-7,0
4	3,1584	3,1567	-1,7	29	2,8457	2,8509	5,2
5	3,2031	3,2096	6,5	30	3,2683	3,2781	9,8
6	3,5536	3,5572	3,6	31	3,3308	3,3385	7,7
7	4,4516	4,4436	-8,0	32	2,3966	2,3956	-1,0
8	3,5962	3,5922	-4,0	33	3,3077	3,3079	0,2
9	3,8507	3,8532	2,5	34	3,0025	3,0065	4,0
10	3,2302	3,2252	-5,0	35	4,3953	4,3973	2,0
11	3,8004	3,7989	-1,5	36	3,1269	3,1311	4,2
12	3,1318	3,1288	-3,0	37	3,8576	3,8584	0,8
13	3,5960	3,5964	0,4	38	3,9055	3,9018	-3,7
14	3,1384	3,1401	1,7	39	3,8871	3,8805	-6,6
15	3,4003	3,4016	1,3	40	3,5801	3,5760	-4,1
16	4,0823	4,0822	-0,1	41	3,5481	3,5433	-4,8
17	3,6094	3,6166	7,2	42	3,9051	3,8925	-12,6
18	3,4957	3,4968	1,1	43	3,0214	3,0195	-1,9
19	3,9652	3,9618	-3,4	44	3,1911	3,1856	-5,5
20	3,4802	3,4731	-7,1	45	4,2956	4,2941	-1,5
21	3,1231	3,1274	4,3	46	2,8125	2,8211	8,6
22	3,1530	3,1538	0,8	47	3,7187	3,7099	-8,8
23	3,5630	3,5650	2,0	48	3,7365	3,7527	16,2
24	4,2145	4,2071	-7,4	49	3,4109	3,4136	2,7
25	3,3345	3,3385	4,0	50	3,5111	3,5123	1,2

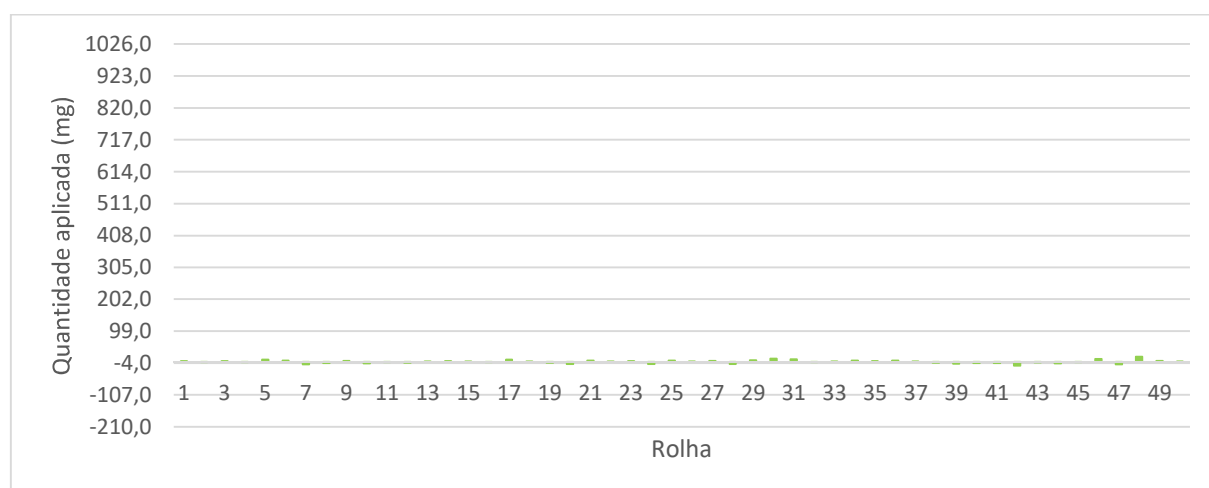


Figura A.28: Representação gráfica da quantidade de produto aplicada em cada rolha numerada do ensaio 5.

Tabela A.29: Força de extração de cada rolha numerada do ensaio 5.

Rolha	Força de extração (daN)	Rolha	Força de extração (daN)
1	32,0	26	31,6
2	26,6	27	30,9
3	30,2	28	40,2
4	26,2	29	24,5
5	28,3	30	28,7
6	32,9	31	28,1
7	38,3	32	21,0
8	29,7	33	32,0
9	39,3	34	22,6
10	24,3	35	37,0
11	35,0	36	29,8
12	22,5	37	32,2
13	29,8	38	25,2
14	26,9	39	23,0
15	27,4	40	31,8
16	37,9	41	29,4
17	29,6	42	35,5
18	30,7	43	27,8
19	32,4	44	28,0
20	23,6	45	36,7
21	20,8	46	18,5
22	26,3	47	29,6
23	32,3	48	31,3
24	34,4	49	30,3
25	31,2	50	30,9

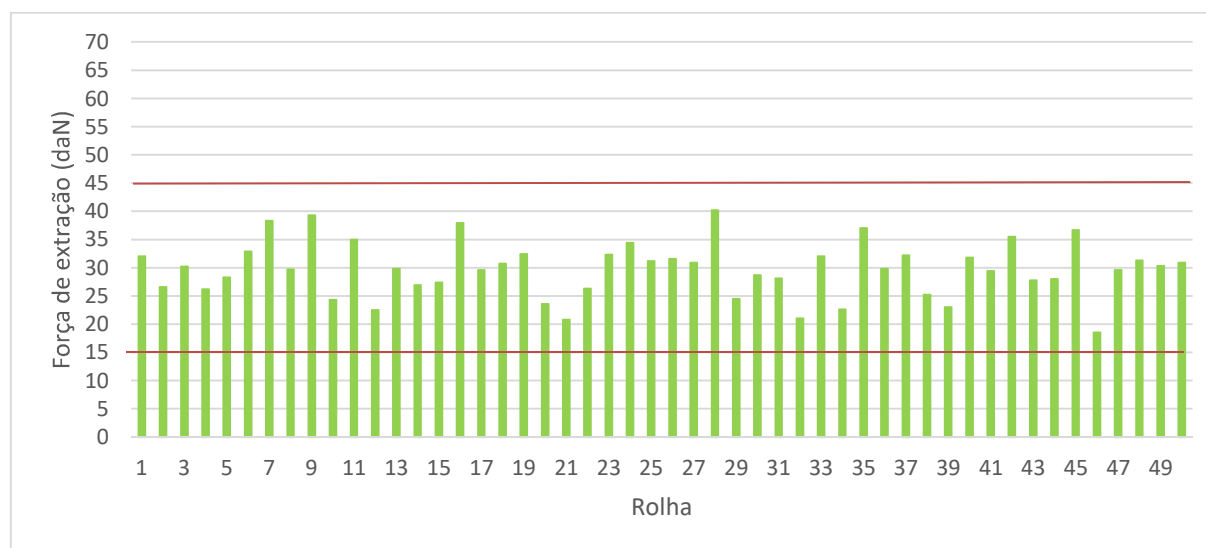


Figura A.29: Representação gráfica da força de extração de cada rolha numerada do ensaio 5.

Tabela A.30: Migração de solução corada em cada rolha numerada do ensaio 5.

Rolha	Migração (mm)	Rolha	Migração (mm)
1	4	26	8
2	3	27	0
3	0	28	0
4	11	29	5
5	45	30	5
6	0	31	3
7	3	32	0
8	4	33	0
9	0	34	6
10	3	35	6
11	5	36	0
12	0	37	6
13	4	38	6
14	4	39	30
15	6	40	0
16	4	41	0
17	22	42	5
18	4	43	35
19	7	44	7
20	13	45	4
21	13	46	11
22	0	47	6
23	0	48	5
24	7	49	4
25	0	50	0

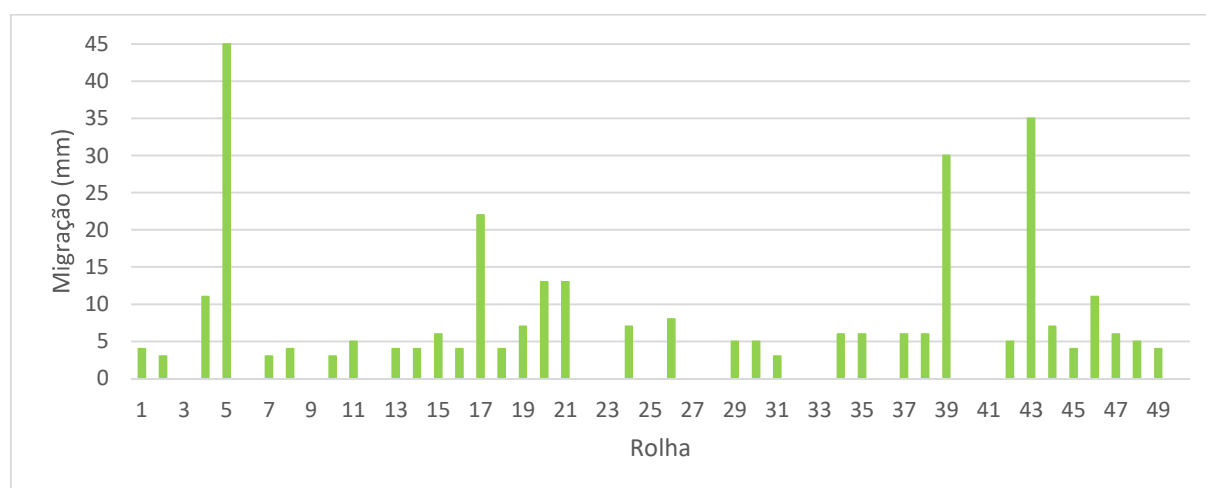


Figura A.30: Representação gráfica da migração de solução em cada rolha numerada do ensaio 5.

Tabela A.31: Absorção de solução corada em cada rolha numerada do ensaio 5.

Rolha	Massa inicial (g)	Massa final (g)	Absorção (%)	Rolha	Massa inicial (g)	Massa final (g)	Absorção (%)
1	3,46	3,50	1,16	26	3,74	3,82	2,14
2	3,17	3,22	1,58	27	3,82	3,82	0,00
3	3,44	3,51	2,03	28	3,54	3,61	1,98
4	3,15	3,20	1,59	29	2,83	2,94	3,89
5	3,20	3,26	1,88	30	3,26	3,29	0,92
6	3,54	3,58	1,13	31	3,33	3,38	1,50
7	4,43	4,48	1,13	32	2,39	2,42	1,26
8	3,58	4,27	19,27	33	3,29	3,33	1,22
9	3,84	3,87	0,78	34	2,99	3,01	0,67
10	3,20	3,32	3,75	35	4,38	4,42	0,91
11	3,78	3,93	3,97	36	3,12	3,16	1,28
12	3,11	3,18	2,25	37	3,83	3,88	1,31
13	3,58	3,63	1,40	38	3,88	3,95	1,80
14	3,13	3,17	1,28	39	3,86	4,04	4,66
15	3,39	3,42	0,88	40	3,57	3,61	1,12
16	4,07	4,12	1,23	41	3,53	3,58	1,42
17	3,60	3,77	4,72	42	3,88	3,93	1,29
18	3,48	3,60	3,45	43	3,00	3,19	6,33
19	3,94	4,02	2,03	44	3,17	3,26	2,84
20	3,45	3,60	4,35	45	4,27	4,29	0,47
21	3,11	3,22	3,54	46	2,82	2,84	0,71
22	3,14	3,18	1,27	47	3,69	3,79	2,71
23	3,54	3,61	1,98	48	3,74	3,81	1,87
24	4,18	4,27	2,15	49	3,40	3,45	1,47
25	3,32	3,36	1,20	50	3,50	3,56	1,71

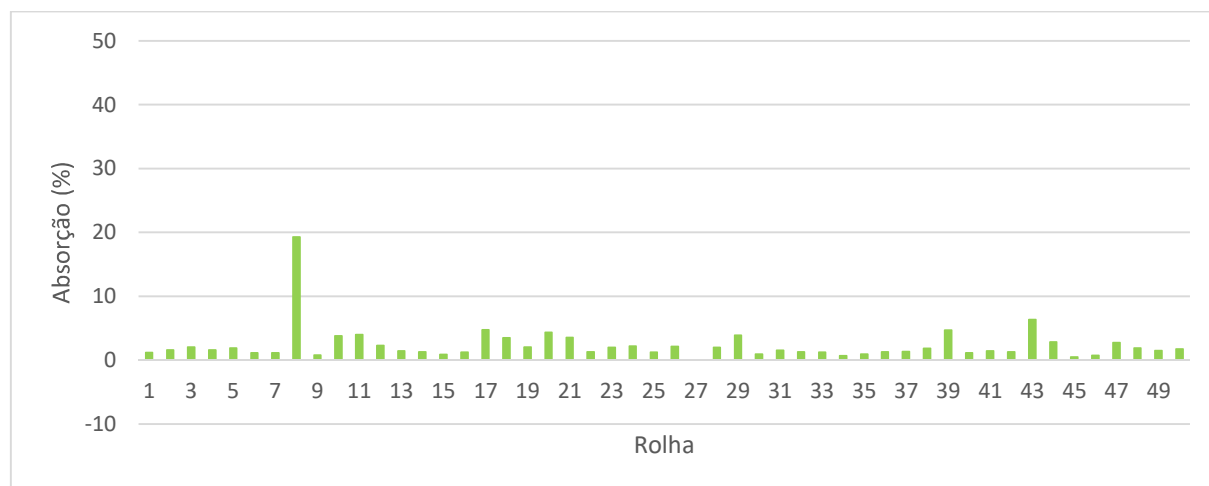


Figura A.31: Representação gráfica da absorção de solução em cada rolha numerada do ensaio 5.

## Anexo A.9. Rolhas com o tratamento de referência

Tabela A.32: Forças de extração para cada rolha numerada

Rolha	Força de extração (daN)	Rolha	Força de extração (daN)
1	23,2	26	19,8
2	16,5	27	21,5
3	14,8	28	18,2
4	17,7	29	19,1
5	20,6	30	24,7
6	14,0	31	21,4
7	20,8	32	16,0
8	19,4	33	23,5
9	19,8	34	20,3
10	13,3	35	19,4
11	13,9	36	23,9
12	21,5	37	17,0
13	18,3	38	21,0
14	18,2	39	19,8
15	18,0	40	17,8
16	22,3	41	19,2
17	21,5	42	25,2
18	24,3	43	22,7
19	29,0	44	16,8
20	23,1	45	21,7
21	22,5	46	20,0
22	21,3	47	23,1
23	18,3	48	21,9
24	22,1	49	18,0
25	18,5	50	18,6

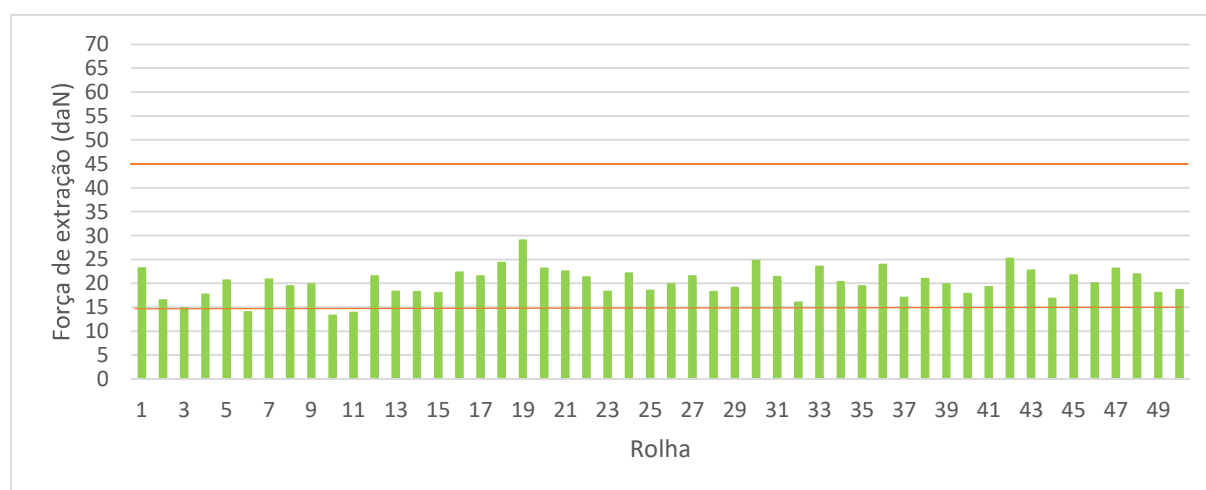


Figura A.31: Representação gráfica da força de extração de cada rolha numerada da referência.

Tabela A.32: Migração de solução corada em cada rolha numerada da referência

Rolha	Migração (mm)	Rolha	Migração (mm)
1	0	26	3
2	12	27	0
3	0	28	0
4	0	29	0
5	0	30	0
6	0	31	4
7	0	32	0
8	0	33	0
9	0	34	30
10	33	35	8
11	0	36	0
12	0	37	35
13	0	38	0
14	0	39	0
15	0	40	0
16	0	41	0
17	0	42	0
18	0	43	0
19	0	44	0
20	0	45	0
21	0	46	4
22	0	47	2
23	0	48	0
24	0	49	20
25	3	50	0

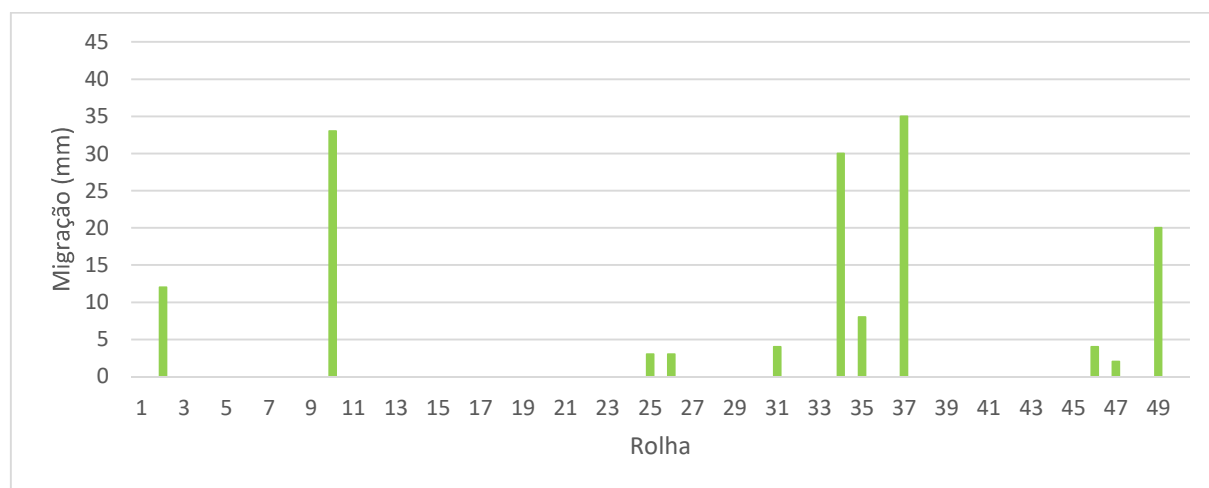


Figura A.32: Representação gráfica da migração de solução em cada rolha numerada da referência.

Tabela A.33: Absorção de solução por cada uma das rolhas numeradas da referência.

Rolha	Massa inicial (g)	Massa final (g)	Absorção (%)	Rolha	Massa inicial (g)	Massa final (g)	Absorção (%)
1	3,37	3,41	1,19	26	2,96	2,97	0,34
2	3,51	3,57	1,71	27	3,72	3,75	0,81
3	3,07	3,11	1,30	28	3,56	3,57	0,28
4	2,89	2,91	0,69	29	3,80	3,82	0,53
5	3,82	3,85	0,79	30	4,43	4,49	1,35
6	3,01	3,03	0,66	31	3,61	3,65	1,11
7	3,22	3,25	0,93	32	3,23	3,26	0,93
8	3,40	3,43	0,88	33	3,78	3,84	1,59
9	2,76	2,79	1,09	34	3,16	3,19	0,95
10	3,25	3,29	1,23	35	3,47	3,50	0,86
11	2,91	2,94	1,03	36	3,84	3,88	1,04
12	3,49	3,52	0,86	37	2,90	2,93	1,03
13	3,4	3,41	0,29	38	3,54	3,59	1,41
14	3,34	3,37	0,90	39	3,12	3,15	0,96
15	3,52	3,55	0,85	40	3,03	3,06	0,99
16	3,30	3,31	0,30	41	3,28	3,31	0,91
17	3,11	3,14	0,96	42	4,41	4,45	0,91
18	3,81	3,86	1,31	43	3,68	3,70	0,54
19	3,52	3,55	0,85	44	3,26	3,29	0,92
20	2,97	2,99	0,67	45	3,13	3,16	0,96
21	3,35	3,40	1,49	46	4,15	4,20	1,20
22	3,52	3,56	1,14	47	3,29	3,33	1,22
23	3,29	3,32	0,91	48	3,83	3,88	1,31
24	3,85	3,88	0,78	49	3,25	3,28	0,92
25	3,50	3,53	0,86	50	3,27	3,30	0,92

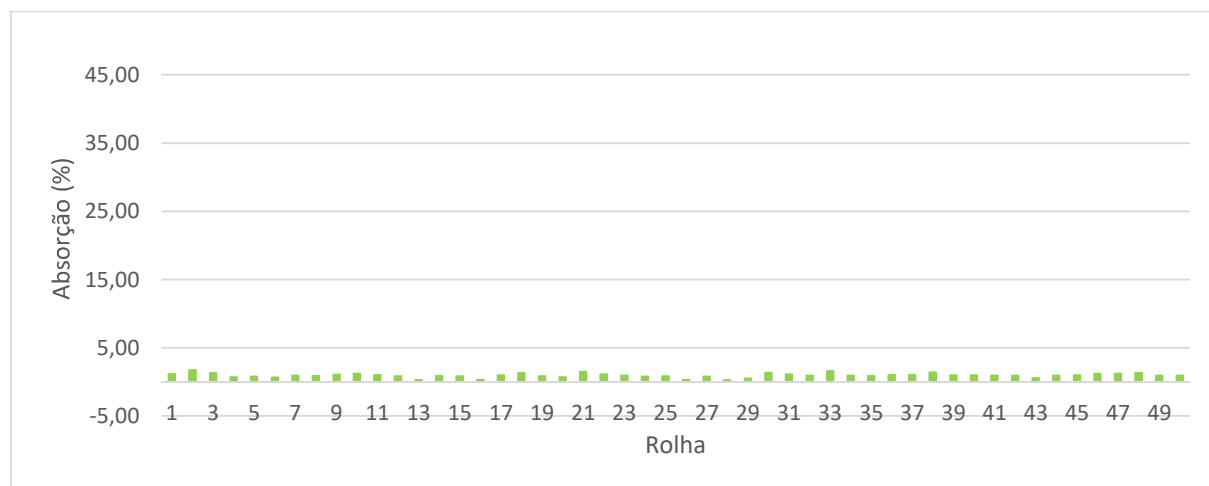


Figura A.33: Representação gráfica da absorção de solução em cada rolha numerada da referência.



## Anexo B. Resultados obtidos na segunda série de ensaios após 3 dias em garrafa

### Anexo B.1. Ensaio 4.R1

Tabela B.1: Força de extração de cada rolha numerada do ensaio 4.R1.

Rolha	Força de extração (daN)	Rolha	Força de extração (daN)
1	30,8	26	27,4
2	36,0	27	34,6
3	30,7	28	36,3
4	35,9	29	47,3
5	29,0	30	31,2
6	32,9	31	32,6
7	30,6	32	31,6
8	33,2	33	35,4
9	35,3	34	32,5
10	34,6	35	35,6
11	31,2	36	35,0
12	28,2	37	12,5
13	25,2	38	37,1
14	44,4	39	32,6
15	36,8	40	35,7
16	33,6	41	33,0
17	30,4	42	32,9
18	30,8	43	37,7
19	35,8	44	31,5
20	24,8	45	30,3
21	34,5	46	37,6
22	33,6	47	38,4
23	38,7	48	32,4
24	33,6	49	32,4
25	33,9	50	40,5

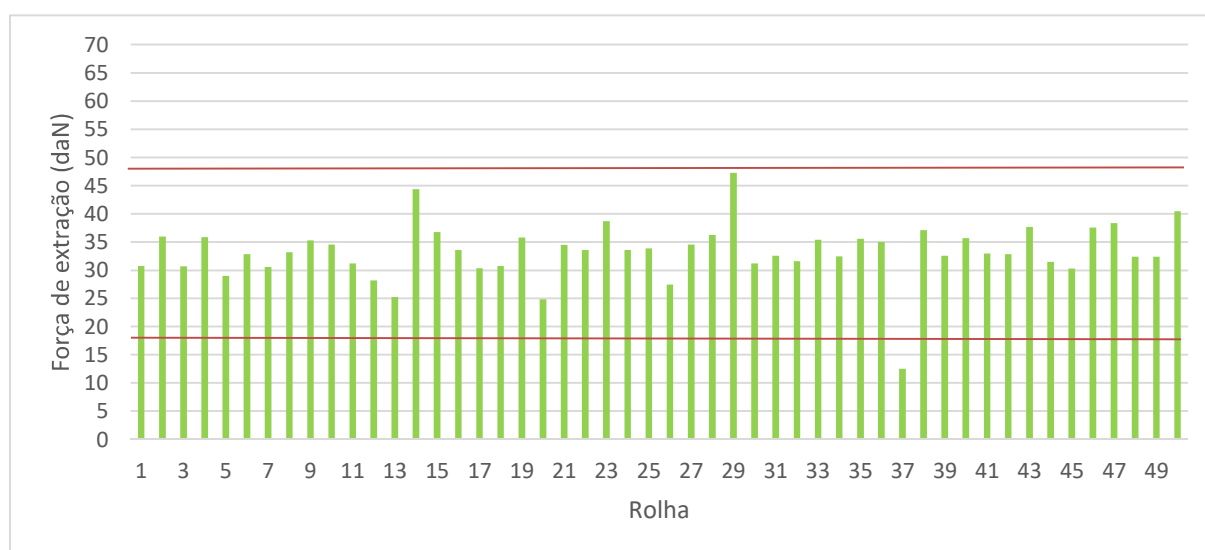


Figura B.1: Representação gráfica da absorção de solução de cada rolha numerada do ensaio 4.1.

Tabela B.2: Migração de solução corada em cada rolha numerada do ensaio 4.R1.

Rolha	Migração (mm)	Rolha	Migração (mm)
1	12	26	0
2	0	27	0
3	0	28	8
4	0	29	0
5	3	30	0
6	0	31	8
7	0	32	7
8	6	33	5
9	0	34	0
10	0	35	0
11	0	36	8
12	9	37	45
13	33	38	0
14	2	39	8
15	0	40	0
16	8	41	18
17	0	42	0
18	5	43	4
19	0	44	0
20	5	45	0
21	6	46	8
22	0	47	2
23	5	48	0
24	15	49	3
25	3	50	5

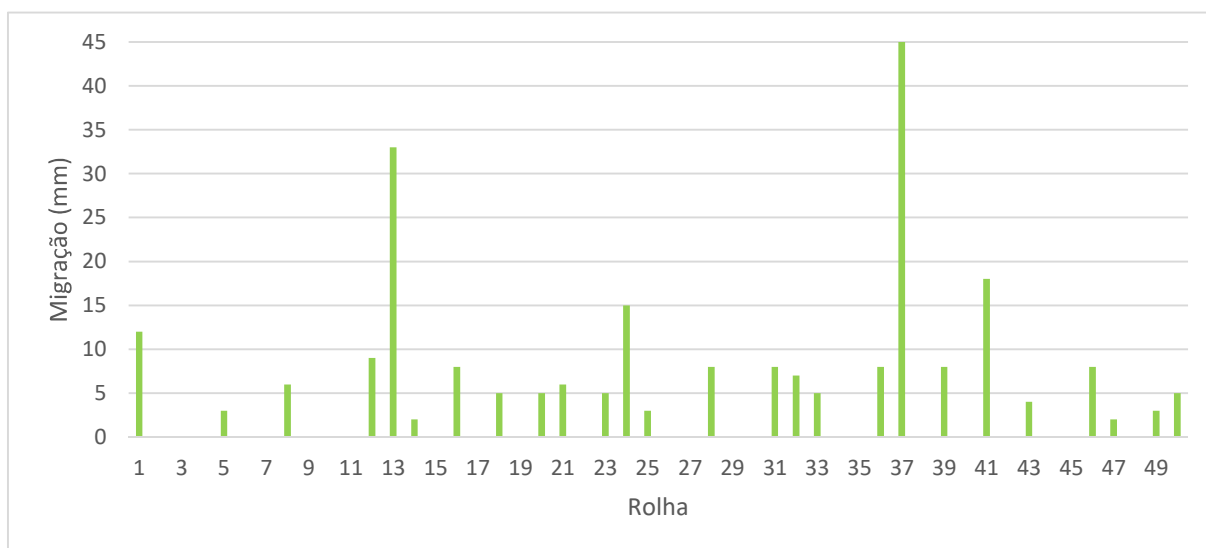


Figura B.2: Representação gráfica da migração de solução corada em cada rolha numerada do ensaio 4.1.

Tabela B.3: Absorção de solução corada em cada rolha numerada do ensaio 4.R1.

Rolha	Massa inicial (g)	Massa final (g)	Absorção (%)	Rolha	Massa inicial (g)	Massa final (g)	Absorção (%)
1	3,41	3,46	1,47	26	3,06	3,10	1,31
2	3,66	3,71	1,37	27	3,33	3,35	0,60
3	3,31	3,32	0,30	28	3,49	3,51	0,57
4	3,76	3,79	0,80	29	4,86	4,88	0,41
5	3,10	3,10	0,00	30	3,28	3,34	1,83
6	3,23	3,26	0,93	31	3,29	3,39	3,04
7	3,44	3,48	1,16	32	3,01	3,04	1,00
8	3,48	3,47	-0,29	33	3,23	3,26	0,93
9	3,45	3,47	0,58	34	3,62	3,68	1,66
10	3,86	3,90	1,04	35	3,46	3,48	0,58
11	3,14	3,17	0,96	36	3,32	3,35	0,90
12	3,22	3,26	1,24	37	2,74	3,09	12,77
13	2,74	2,78	1,46	38	3,58	3,61	0,84
14	4,27	4,30	0,70	39	4,15	4,22	1,69
15	3,43	3,45	0,58	40	3,59	3,59	0,00
16	3,75	3,81	1,60	41	3,48	3,53	1,44
17	3,24	3,29	1,54	42	3,54	3,57	0,85
18	3,73	3,84	2,95	43	3,58	3,65	1,96
19	3,74	3,81	1,87	44	3,20	3,21	0,31
20	2,86	2,89	1,05	45	2,96	3,02	2,03
21	3,51	3,53	0,57	46	3,80	3,84	1,05
22	3,40	3,46	1,76	47	3,91	3,95	1,02
23	3,41	3,45	1,17	48	3,91	3,93	0,51
24	3,40	3,44	1,18	49	3,39	3,41	0,59
25	3,21	3,24	0,93	50	3,92	3,98	1,53

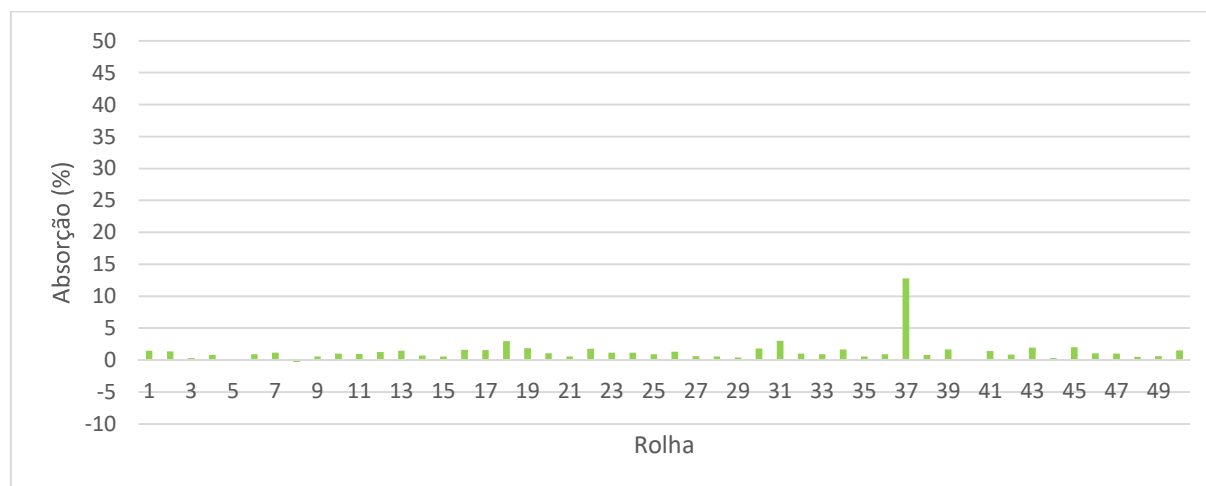


Figura B.3: Representação gráfica da absorção de solução corada em cada rolha numerada do ensaio 4.1.

## Anexo B.2. Ensaio 4.R2

Tabela B.4: Força de extração de cada rolha numerada do ensaio 4.R2.

Rolha	Força de extração (daN)	Rolha	Força de extração (daN)
1	26,3	26	27,9
2	36,1	27	32,9
3	40,7	28	31,5
4	32,1	29	37,1
5	36,8	30	33,2
6	40,5	31	31,2
7	34,8	32	31,5
8	32,2	33	31,4
9	28,0	34	44,9
10	27,0	35	25,3
11	30,6	36	30,2
12	33,3	37	29,2
13	34,1	38	28,5
14	26,5	39	30,8
15	29,7	40	24,9
16	26,9	41	34,0
17	28,5	42	40,2
18	21,1	43	29,1
19	26,2	44	32,3
20	22,1	45	44,3
21	29,6	46	32,6
22	27,9	47	44,6
23	24,4	48	30,4
24	35,5	49	33,8
25	30,6	50	23,3

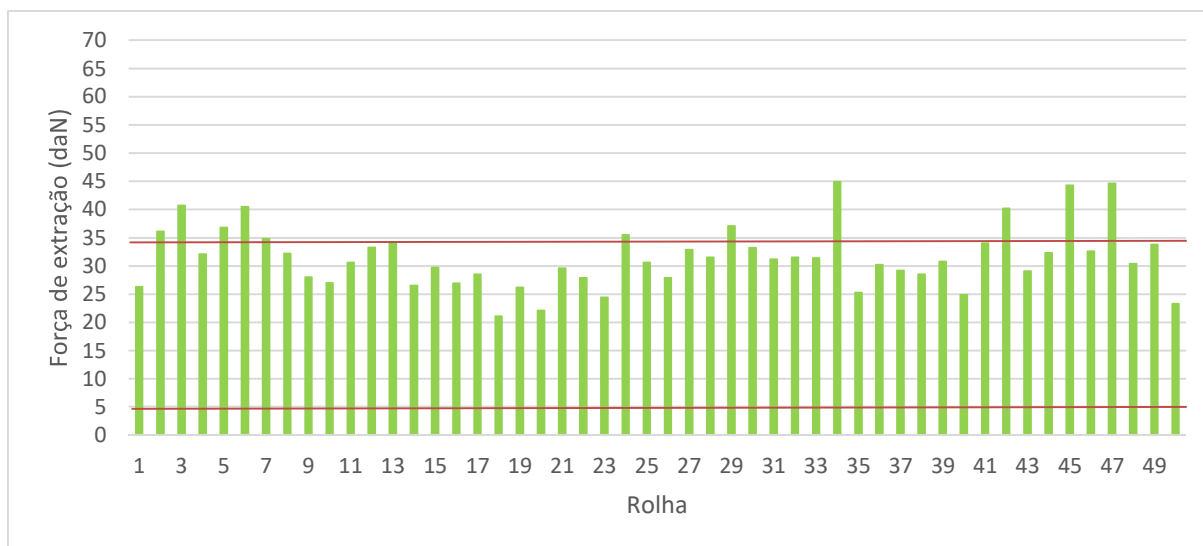


Figura B.4: Representação gráfica da força de extração de cada rolha numerada do ensaio 4.R2.

Tabela B.5: Migração de solução corada em cada rolha numerada do ensaio 4.R2.

Rolha	Migração (mm)	Rolha	Migração (mm)
1	0	26	0
2	3	27	6
3	0	28	1
4	0	29	0
5	0	30	0
6	0	31	0
7	1	32	0
8	1	33	0
9	3	34	0
10	0	35	6
11	0	36	0
12	0	37	0
13	8	38	2
14	8	39	0
15	5	40	0
16	0	41	3
17	0	42	0
18	45	43	3
19	0	44	4
20	0	45	0
21	0	46	15
22	23	47	4
23	20	48	2
24	0	49	0
25	0	50	0

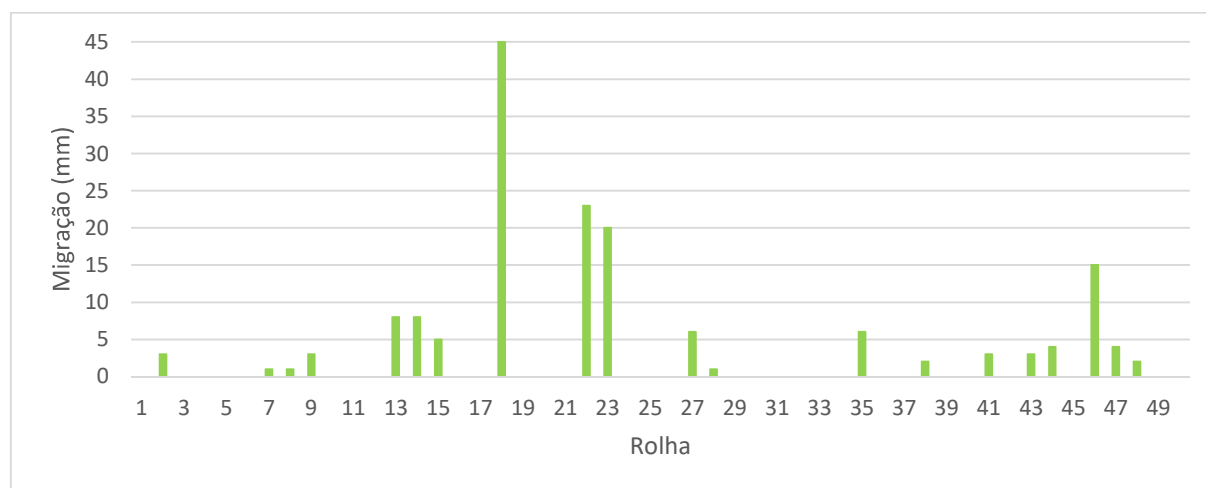


Figura B.5: Representação gráfica migração de solução corada em cada rolha numerada do ensaio 4.R2.

Tabela B.6: Absorção de solução corada de cada rolha numerada do ensaio 4.R2.

Rolha	Massa inicial (g)	Massa final (g)	Absorção (%)	Rolha	Massa inicial (g)	Massa final (g)	Absorção (%)
1	3,15	3,18	0,95	26	3,18	3,26	2,52
2	3,62	3,67	1,38	27	3,65	3,68	0,82
3	4,10	4,12	0,49	28	3,33	3,37	1,20
4	3,43	3,51	2,33	29	3,81	3,83	0,52
5	4,05	4,14	2,22	30	3,49	3,52	0,86
6	3,87	3,91	1,03	31	3,15	3,18	0,95
7	3,52	3,55	0,85	32	3,57	3,62	1,40
8	3,83	3,91	2,09	33	4,04	4,14	2,48
9	3,06	3,12	1,96	34	4,47	4,53	1,34
10	2,84	2,87	1,06	35	2,88	2,91	1,04
11	3,22	3,25	0,93	36	3,02	3,05	0,99
12	3,68	3,72	1,09	37	3,12	3,15	0,96
13	3,42	3,48	1,75	38	3,14	3,22	2,55
14	4,05	4,20	3,70	39	3,28	3,34	1,83
15	3,43	3,45	0,58	40	3,10	3,15	1,61
16	2,85	2,88	1,05	41	3,51	3,65	3,99
17	2,97	3,00	1,01	42	3,86	3,91	1,30
18	2,85	3,04	6,67	43	3,49	3,57	2,29
19	3,06	3,08	0,65	44	3,44	3,49	1,45
20	3,06	3,08	0,65	45	4,25	4,28	0,71
21	3,34	3,36	0,60	46	3,50	3,54	1,14
22	3,30	3,42	3,64	47	3,58	3,63	1,40
23	3,60	3,68	2,22	48	3,68	3,71	0,82
24	3,39	3,43	1,18	49	3,32	3,36	1,20
25	3,59	3,66	1,95	50	3,08	3,12	1,30

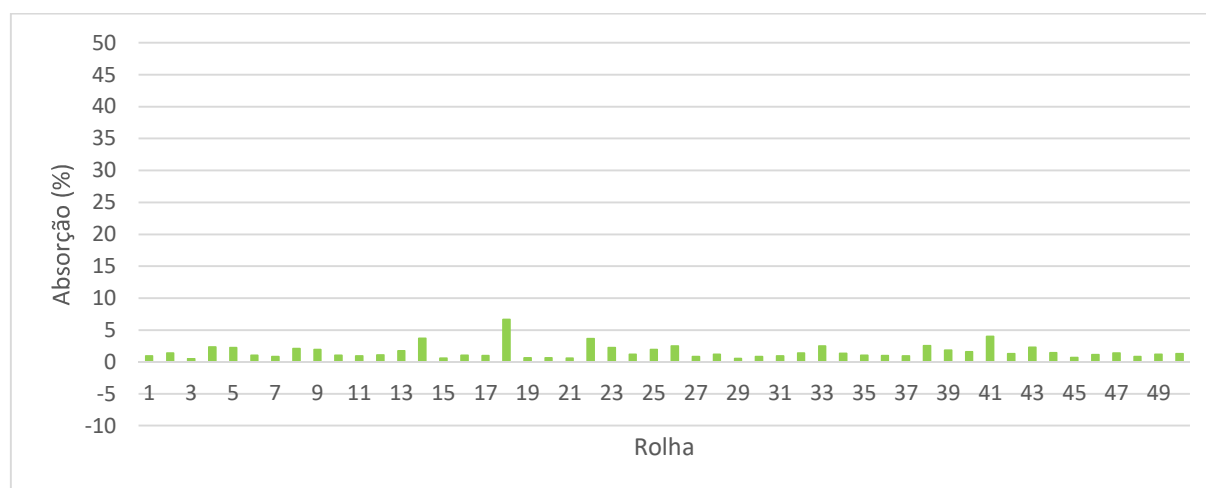


Figura B.6: Representação gráfica da absorção de solução corada de cada rolha numerada do ensaio 4.R2.

### Anexo B.3. Ensaio 5.R1

Tabela B.7: Força de extração de cada rolha numerada do ensaio 5.R1.

Rolha	Força de extração (daN)	Rolha	Força de extração (daN)
1	47,5	26	28,4
2	35,5	27	27,8
3	33,8	28	23,9
4	31,4	29	34,1
5	37,3	30	28,0
6	35,4	31	36,7
7	34,3	32	33,4
8	30,3	33	34,2
9	30,3	34	26,5
10	46,2	35	35,4
11	33,1	36	33,1
12	37,6	37	30,9
13	35,8	38	29,4
14	32,1	39	28,0
15	27,9	40	35,2
16	36,6	41	34,4
17	28,9	42	27,3
18	29,9	43	28,3
19	31,2	44	33,6
20	29,7	45	25,8
21	31,1	46	28,4
22	31,4	47	40,8
23	31,2	48	30,4
24	31,2	49	33,5
25	27,6	50	35,9

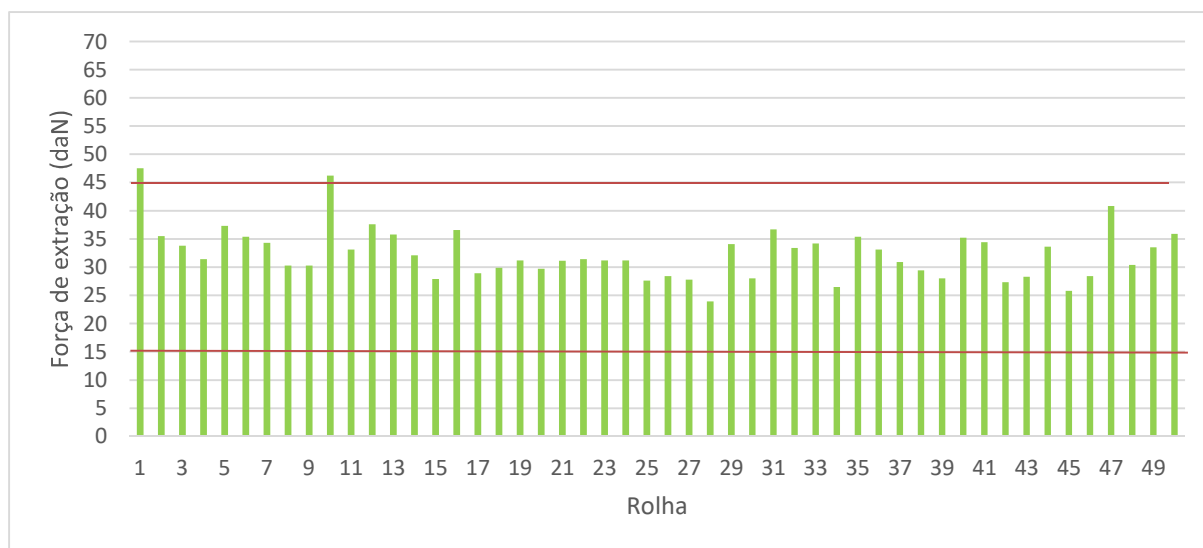


Figura B.7: Representação gráfica da força de extração de cada rolha numerada do ensaio 5.R1.

Tabela B.8: Migração de solução corada em cada rolha numerada do ensaio 5.R1.

Rolha	Migração (mm)	Rolha	Migração (mm)
1	0	26	6
2	0	27	14
3	0	28	22
4	0	29	0
5	3	30	8
6	5	31	7
7	2	32	0
8	0	33	0
9	0	34	0
10	5	35	5
11	3	36	5
12	0	37	6
13	0	38	2
14	0	39	0
15	0	40	5
16	0	41	0
17	0	42	5
18	5	43	0
19	0	44	0
20	14	45	21
21	0	46	3
22	0	47	0
23	0	48	5
24	3	49	0
25	0	50	5

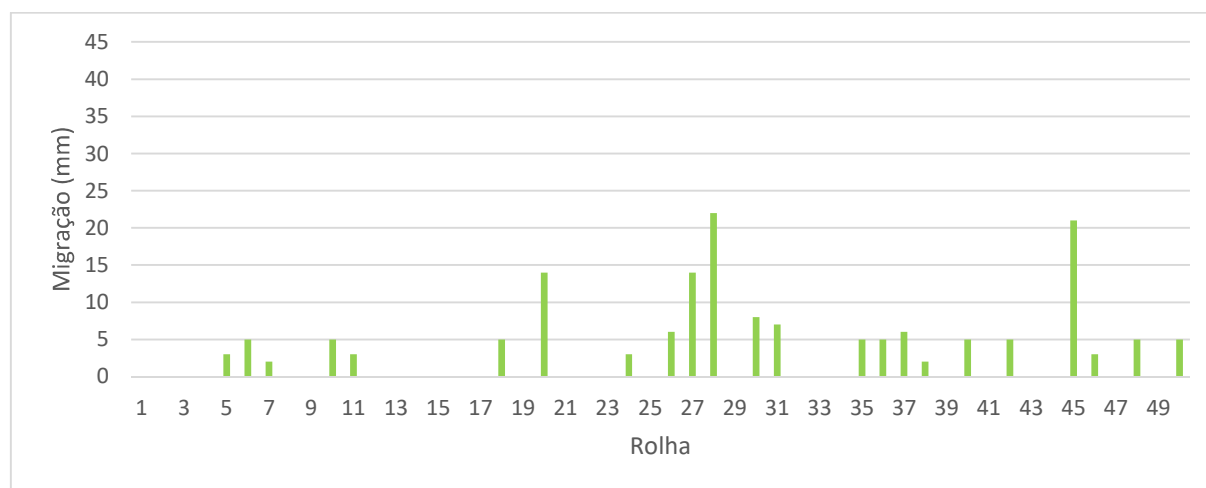


Figura B.8: Representação gráfica de migração de solução corada em cada rolha numerada do ensaio 5.R1.



Tabela B.9: Absorção de solução corada em cada rolha numerada do ensaio 5.R1.

Rolha	Massa inicial (g)	Massa final (g)	Absorção (%)	Rolha	Massa inicial (g)	Massa final (g)	Absorção (%)
1	4,54	4,59	1,10	26	3,78	3,82	1,06
2	3,63	3,66	0,83	27	3,19	3,25	1,88
3	3,92	3,97	1,28	28	2,99	3,04	1,67
4	3,24	3,30	1,85	29	3,27	3,30	0,92
5	4,07	4,10	0,74	30	3,18	3,25	2,20
6	3,59	3,62	0,84	31	3,74	3,79	1,34
7	2,94	2,98	1,36	32	3,57	3,63	1,68
8	3,35	3,37	0,60	33	3,47	3,52	1,44
9	3,51	3,54	0,85	34	2,90	2,96	2,07
10	4,71	4,83	2,55	35	3,31	3,34	0,91
11	3,67	3,68	0,27	36	3,48	3,50	0,57
12	3,54	3,62	2,26	37	3,34	3,36	0,60
13	3,85	3,92	1,82	38	2,85	2,91	2,11
14	3,56	3,64	2,25	39	3,33	3,35	0,60
15	3,34	3,40	1,80	40	3,65	3,70	1,37
16	4,56	4,63	1,54	41	3,75	3,78	0,80
17	3,49	3,52	0,86	42	3,21	3,26	1,56
18	3,37	3,43	1,78	43	3,66	3,70	1,09
19	3,34	3,39	1,50	44	3,74	3,78	1,07
20	3,53	3,60	1,98	45	3,20	3,31	3,44
21	3,75	3,79	1,07	46	3,27	3,29	0,61
22	3,21	3,25	1,25	47	4,09	4,17	1,96
23	3,39	3,44	1,47	48	3,37	3,44	2,08
24	3,65	3,70	1,37	49	3,45	3,52	2,03
25	3,41	3,43	0,59	50	3,30	3,33	0,91

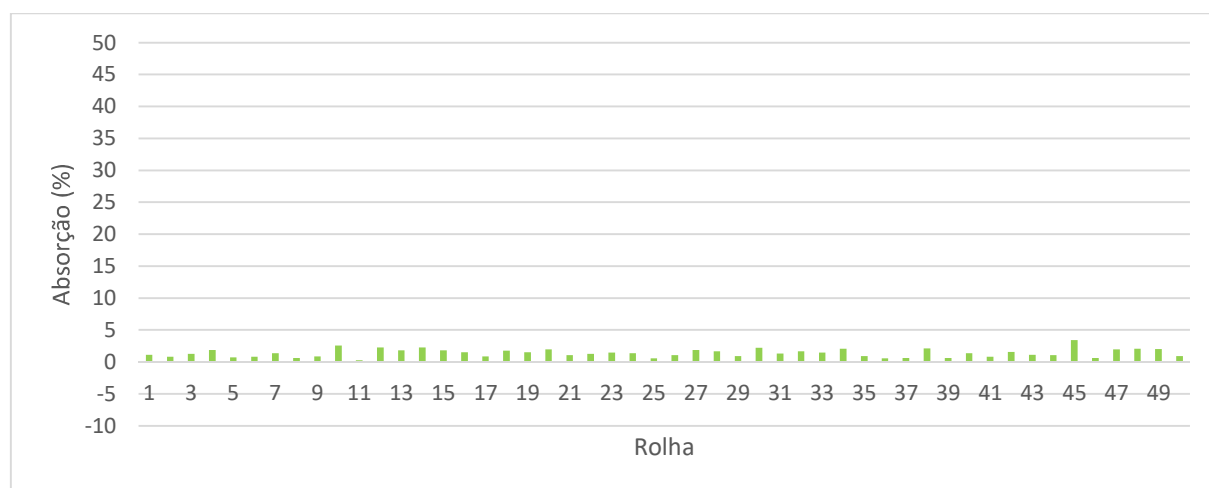


Figura B.9: Representação gráfica de absorção de solução corada em cada rolha numerada do ensaio 5.R1.

## Anexo B.4. Ensaio 5.R2

Tabela B.10: Força de extração de cada rolha numerada do ensaio 5.R2.

Rolha	Força de extração (daN)	Rolha	Força de extração (daN)
1	24,4	26	22,5
2	31,4	27	33,4
3	28,3	28	37,1
4	32,0	29	32,4
5	21,6	30	21,1
6	25,7	31	31,8
7	26,7	32	19,8
8	28,6	33	24,9
9	26,9	34	21,0
10	28,2	35	19,0
11	38,0	36	37,7
12	30,7	37	24,3
13	23,6	38	27,8
14	31,5	39	31,6
15	30,6	40	29,1
16	25,1	41	21,9
17	27,1	42	23,2
18	23,1	43	25,9
19	30,2	44	31,3
20	22,4	45	20,2
21	35,8	46	34,6
22	20,9	47	17,4
23	26,6	48	31,9
24	23,2	49	30,1
25	33,8	50	33,4

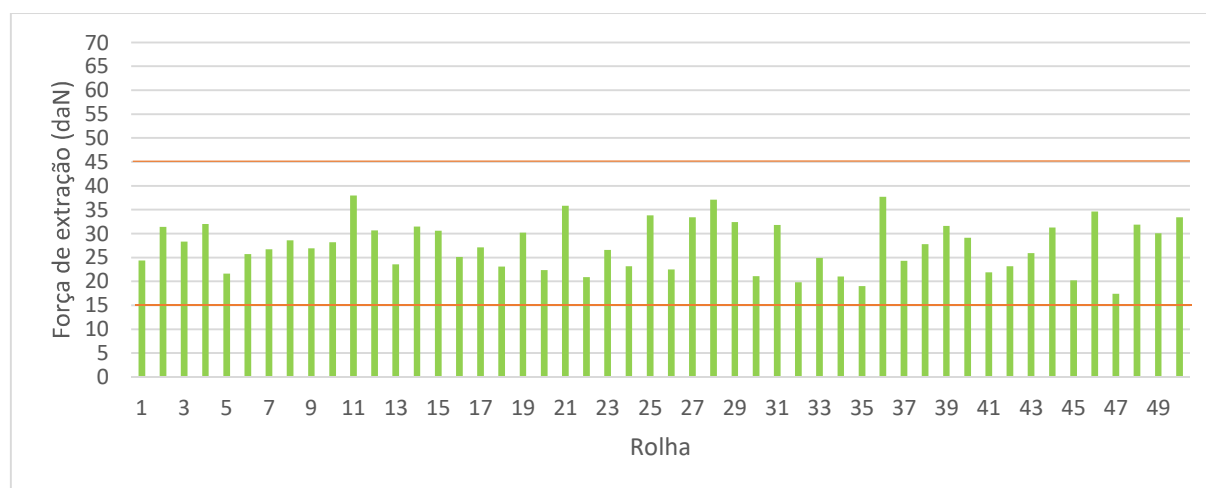


Figura B.10: Representação gráfica da força de extração de cada rolha numerada do ensaio 5.R2.

Tabela B.11: Migração de solução corada em cada rolha numerada do ensaio 5.R2.

Rolha	Migração (mm)	Rolha	Migração (mm)
1	0	26	28
2	8	27	0
3	4	28	8
4	9	29	6
5	7	30	12
6	0	31	8
7	9	32	21
8	0	33	7
9	0	34	30
10	0	35	31
11	0	36	0
12	4	37	7
13	4	38	12
14	4	39	0
15	24	40	0
16	0	41	20
17	0	42	6
18	7	43	0
19	21	44	5
20	12	45	6
21	0	46	10
22	7	47	13
23	4	48	0
24	7	49	2
25	6	50	6

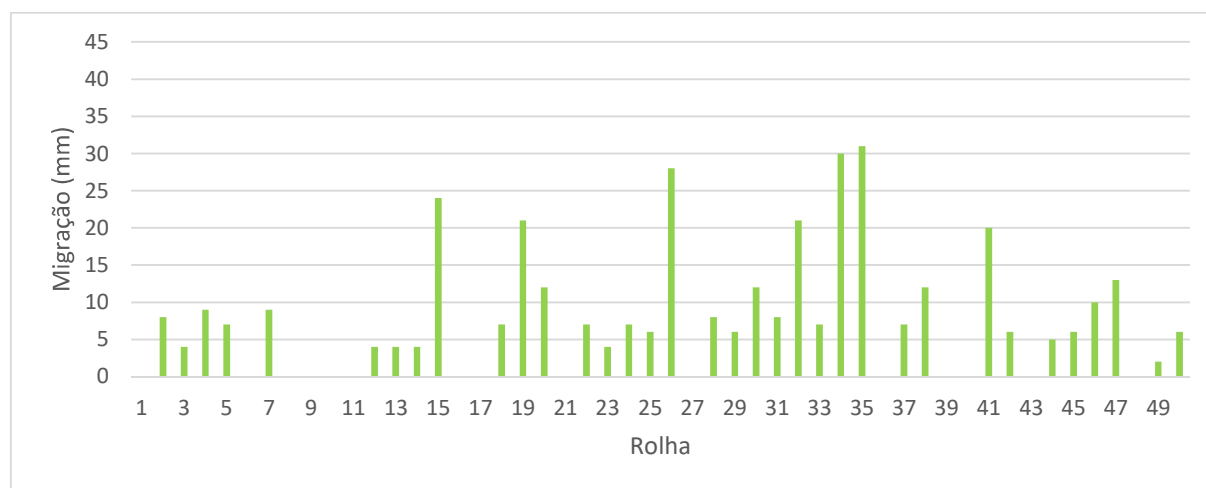


Figura B.11: Representação gráfica da migração de solução corada em cada rolha numerada do ensaio 5.R2.

Tabela B.12: Absorção de solução corada em cada rolha numerada do ensaio 5.R2.

Rolha	Massa inicial (g)	Massa final (g)	Absorção (%)	Rolha	Massa inicial (g)	Massa final (g)	Absorção (%)
1	2,88	2,91	1,04	26	3,03	3,16	4,29
2	3,57	3,59	0,56	27	3,72	3,74	0,54
3	3,41	3,45	1,17	28	3,94	3,97	0,76
4	3,54	3,57	0,85	29	3,80	3,79	-0,26
5	3,24	3,30	1,85	30	3,52	3,58	1,70
6	3,17	3,22	1,58	31	3,99	4,03	1,00
7	3,56	3,60	1,12	32	2,69	2,80	4,09
8	3,73	3,77	1,07	33	3,38	3,44	1,78
9	3,06	3,12	1,96	34	2,93	3,21	9,56
10	3,07	3,09	0,65	35	2,86	2,99	4,55
11	3,61	3,72	3,05	36	4,02	4,07	1,24
12	3,47	3,50	0,86	37	3,27	3,29	0,61
13	3,03	3,08	1,65	38	3,32	3,37	1,51
14	3,47	3,53	1,73	39	3,18	3,22	1,26
15	3,86	3,90	1,04	40	3,34	3,67	9,88
16	3,44	3,49	1,45	41	3,20	3,27	2,19
17	3,80	3,90	2,63	42	3,00	3,05	1,67
18	3,21	3,27	1,87	43	3,01	3,05	1,33
19	3,53	3,59	1,70	44	3,52	3,55	0,85
20	3,17	3,21	1,26	45	3,12	3,22	3,21
21	4,87	5,04	3,49	46	3,97	4,04	1,76
22	2,85	2,88	1,05	47	2,70	2,76	2,22
23	3,53	3,57	1,13	48	3,45	3,48	0,87
24	2,99	3,04	1,67	49	3,30	3,32	0,61
25	3,64	3,69	1,37	50	4,28	4,52	5,61

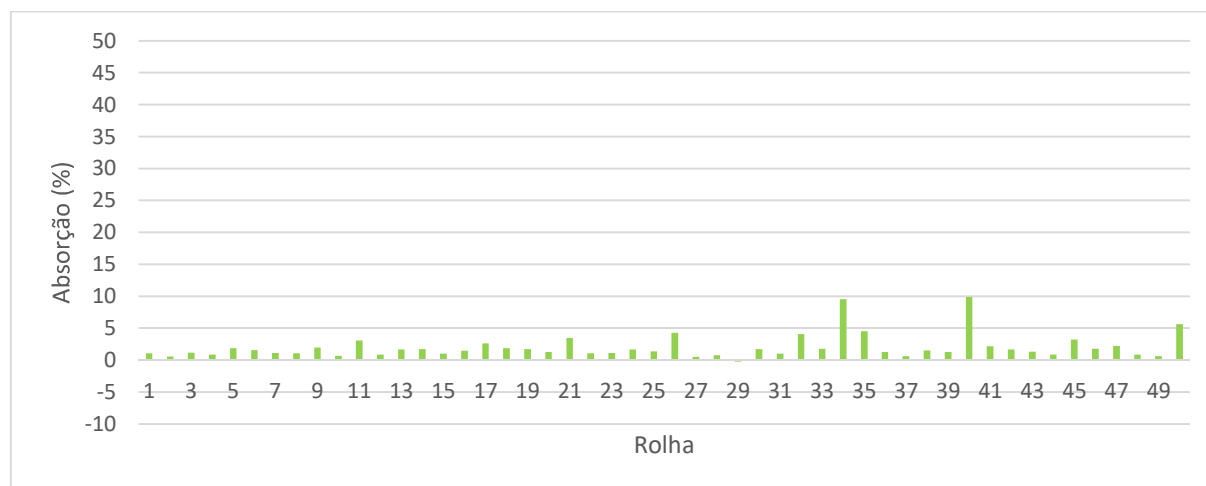


Figura B.12: Representação gráfica da absorção de solução corada em cada rolha numerada do ensaio 5.R2.

## Anexo C. Resultados obtidos na segunda série de ensaios ao fim de 8 dias em garrafa

### Anexo C.1. Ensaio 4.R1

#### Anexo C.1.1. Temperatura ambiente

Tabela C.1: Força de extração e migração de vinho em cada rolha numerada do ensaio 4.R1.

<b>Rolha</b>	<b>1</b>	<b>2</b>	<b>3</b>	<b>4</b>	<b>5</b>	<b>6</b>	<b>7</b>	<b>8</b>	<b>9</b>	<b>10</b>
<b>Forças Extr. (daN)</b>	36,0	34,2	23,9	42,8	31,9	34,5	43,3	42,5	34,2	46,5
<b>Migração (mm)</b>	0	0	0	0	5	0	0	0	0	0

Tabela C.2: Absorção de vinho em cada rolha numerada do ensaio 4.R1.

<b>Rolha</b>	<b>Massa inicial (g)</b>	<b>Massa final (g)</b>	<b>Absorção (%)</b>
1	3,1	3,18	2,58
2	3,2	3,33	4,06
3	3,22	3,32	3,11
4	3,98	4,03	1,26
5	3,02	3,06	1,32
6	3,35	3,41	1,79
7	3,36	3,81	13,39
8	3,84	3,91	1,82
9	3,06	3,1	1,31
10	4,14	4,21	1,69

#### Anexo C.1.2. 1°C

Tabela C.3: Força de extração e migração de vinho em cada rolha numerada do ensaio 4.R1.

<b>Rolha</b>	<b>11</b>	<b>12</b>	<b>13</b>	<b>14</b>	<b>15</b>	<b>16</b>	<b>17</b>	<b>18</b>	<b>19</b>	<b>20</b>
<b>Forças Extr. (daN)</b>	31,9	33,0	40,1	38,7	31,6	34,4	34,9	31,2	34,7	37,9
<b>Progressão (mm)</b>	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0

Tabela C.4: Absorção de vinho em cada rolha numerada do ensaio 4.R1.

<b>Rolha</b>	<b>Massa inicial (g)</b>	<b>Massa final (g)</b>	<b>Absorção (%)</b>
11	3,44	3,50	1,74
12	3,45	3,58	3,77
13	3,66	3,70	1,09
14	4,06	4,12	1,48
15	3,14	3,17	0,96
16	3,30	3,36	1,82
17	3,23	3,28	1,55
18	3,28	3,31	0,91
19	3,43	3,49	1,75
20	3,53	3,58	1,42

### Anexo C.1.3. 37°C

Tabela C.5: Força de extração e migração de vinho em cada rolha numerada do ensaio 4.R1.

<b>Rolha</b>	<b>21</b>	<b>22</b>	<b>23</b>	<b>24</b>	<b>25</b>	<b>26</b>	<b>27</b>	<b>28</b>	<b>29</b>	<b>30</b>
<b>Forças Extr. (daN)</b>	31,8	43,7	55,3	45,3	23,3	31,2	42,8	56,7	29,0	31,8
<b>Progressão (mm)</b>	10	0	22	0	0	18	2	11	24	17

Tabela C.6: Absorção de vinho em cada rolha numerada do ensaio 4.R1.

<b>Rolha</b>	<b>Massa inicial (g)</b>	<b>Massa final (g)</b>	<b>Absorção (%)</b>
21	3,16	3,3	4,43
22	3,49	3,58	2,58
23	4,25	4,42	4,00
24	3,75	3,82	1,87
25	3,35	3,57	6,57
26	3,22	3,28	1,86
27	4,14	4,21	1,69
28	3,73	3,80	1,88
29	2,98	3,37	13,09
30	3,24	3,32	2,47

### Anexo C.2. Ensaio 4.R2

#### Anexo C.2.1. Temperatura ambiente

Tabela C.7: Força de extração e migração de vinho em cada rolha numerada do ensaio 4.R2.

<b>Rolha</b>	<b>1</b>	<b>2</b>	<b>3</b>	<b>4</b>	<b>5</b>	<b>6</b>	<b>7</b>	<b>8</b>	<b>9</b>	<b>10</b>
<b>Forças Extr. (daN)</b>	38,1	43,0	43,9	54,8	43,7	42,6	54,3	54,4	42,6	48,6
<b>Progressão (mm)</b>	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0

Tabela C.8: Absorção de vinho em cada rolha numerada do ensaio 4.R2.

<b>Rolha</b>	<b>Massa inicial (g)</b>	<b>Massa final (g)</b>	<b>Absorção (%)</b>
1	3,53	3,58	1,42
2	4,05	4,13	1,98
3	3,03	3,05	0,66
4	4,22	4,26	0,95
5	4,23	4,29	1,42
6	3,21	3,25	1,25
7	4,09	4,18	2,20
8	3,94	4,00	1,52
9	2,97	3,02	1,68
10	4,32	4,36	0,93

### Anexo C.2.2. 1°C

Tabela C.9: Força de extração e migração de vinho em cada rolha numerada do ensaio 4.R2.

<b>Rolha</b>	<b>11</b>	<b>12</b>	<b>13</b>	<b>14</b>	<b>15</b>	<b>16</b>	<b>17</b>	<b>18</b>	<b>19</b>	<b>20</b>
<b>Forças Extr. (daN)</b>	31,9	33,0	40,1	38,7	31,6	34,4	34,9	31,2	34,7	37,9
<b>Progressão (mm)</b>	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0

Tabela C.10: Absorção de vinho em cada rolha numerada do ensaio 4.R2.

<b>Rolha</b>	<b>Massa inicial (g)</b>	<b>Massa final (g)</b>	<b>Absorção (%)</b>
11	3,02	3,07	1,66
12	3,42	3,43	0,29
13	3,52	3,54	0,57
14	4,18	4,23	1,20
15	3,42	3,48	1,75
16	3,86	3,89	0,78
17	4,43	4,45	0,45
18	3,96	3,98	0,51
19	3,60	3,64	1,11
20	3,59	3,62	0,84

### Anexo C.2.3. 37°C

Tabela C.11: Força de extração e migração de vinho em cada rolha numerada do ensaio 4.R2.

<b>Rolha</b>	<b>21</b>	<b>22</b>	<b>23</b>	<b>24</b>	<b>25</b>	<b>26</b>	<b>27</b>	<b>28</b>	<b>29</b>	<b>30</b>
<b>Forças Extr. (daN)</b>	32,9	34,4	48,4	39,7	36,2	51,5	40,6	36,8	40,4	43,8
<b>Progressão (mm)</b>	0	5	0	12	20	29	0	29	4	5

Tabela C.12: Absorção de vinho em cada rolha numerada do ensaio 4.R2.

<b>Rolha</b>	<b>Massa inicial (g)</b>	<b>Massa final (g)</b>	<b>Absorção (%)</b>
21	3,46	3,52	1,73
22	3,42	3,65	6,73
23	3,66	3,72	1,64
24	3,33	3,42	2,70
25	3,64	3,81	4,67
26	3,81	3,94	3,41
27	3,57	3,64	1,96
28	4,04	4,18	3,47
29	3,34	3,43	2,69
30	3,33	3,48	4,50

## Anexo C.3. Ensaio 5.R1

### Anexo C.3.1. Temperatura ambiente

Tabela C.13: Força de extração e migração de vinho em cada rolha numerada do ensaio 5.R1.

<b>Rolha</b>	<b>1</b>	<b>2</b>	<b>3</b>	<b>4</b>	<b>5</b>	<b>6</b>	<b>7</b>	<b>8</b>	<b>9</b>	<b>10</b>
<b>Forças Extr. (daN)</b>	28,9	35,0	39,1	42,4	41,5	22,9	29,8	39,8	30,7	30,5
<b>Progressão (mm)</b>	9	0	0	0	5	0	22	0	5	0

Tabela C.14: Absorção de vinho em cada rolha numerada do ensaio 4.R2.

<b>Rolha</b>	<b>Massa inicial (g)</b>	<b>Massa final (g)</b>	<b>Absorção (%)</b>
1	2,95	3,00	1,69
2	3,69	3,75	1,63
3	3,71	3,74	0,81
4	4,05	4,14	2,22
5	4,40	4,47	1,59
6	3,07	3,12	1,63
7	3,32	3,40	2,41
8	3,84	3,91	1,82
9	3,44	3,49	1,45
10	3,40	3,44	1,18

### Anexo C.3.2. 1°C

Tabela C.15: Força de extração e migração de vinho em cada rolha numerada do ensaio 5.R1.

<b>Rolha</b>	<b>11</b>	<b>12</b>	<b>13</b>	<b>14</b>	<b>15</b>	<b>16</b>	<b>17</b>	<b>18</b>	<b>19</b>	<b>20</b>
<b>Forças Extr. (daN)</b>	43,7	30,1	29,3	27,7	30,9	28,4	30,3	33,4	34,9	30,3
<b>Progressão (mm)</b>	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0

Tabela C.16: Absorção de vinho em cada rolha numerada do ensaio 5.R1.

<b>Rolha</b>	<b>Massa inicial (g)</b>	<b>Massa final (g)</b>	<b>Absorção (%)</b>
11	4,25	4,33	1,88
12	3,36	3,38	0,60
13	2,95	3,00	1,69
14	3,27	3,31	1,22
15	3,31	3,34	0,91
16	2,91	2,98	2,41
17	3,28	3,31	0,91
18	3,38	3,41	0,89
19	2,85	2,88	1,05
20	3,73	3,78	1,34



### Anexo C.3.3. 37°C

Tabela C.17: Força de extração e migração de vinho em cada rolha numerada do ensaio 5.R1.

<b>Rolha</b>	<b>21</b>	<b>22</b>	<b>23</b>	<b>24</b>	<b>25</b>	<b>26</b>	<b>27</b>	<b>28</b>	<b>29</b>	<b>30</b>
<b>Forças Extr. (daN)</b>	27,0	45,7	29,7	45,7	32,3	45,8	36,7	32,4	42,1	38,4
<b>Progressão (mm)</b>	28	20	29	5	12	0	11	35	8	20

Tabela C.18: Absorção de vinho em cada rolha numerada do ensaio 5.R1.

<b>Rolha</b>	<b>Massa inicial (g)</b>	<b>Massa final (g)</b>	<b>Absorção (%)</b>
21	3,27	3,5	7,03
22	3,84	3,92	2,08
23	3,21	3,28	2,18
24	4,12	4,25	3,16
25	3,00	3,10	3,33
26	4,13	4,21	1,94
27	3,60	3,70	2,78
28	3,23	3,37	4,33
29	3,75	3,84	2,40
30	3,53	3,58	1,42

### Anexo C.4. Ensaio 5.R2

#### Anexo C.4.1. Temperatura ambiente

Tabela C.19: Força de extração e migração de vinho em cada rolha numerada do ensaio 5.R2.

<b>Rolha</b>	<b>1</b>	<b>2</b>	<b>3</b>	<b>4</b>	<b>5</b>	<b>6</b>	<b>7</b>	<b>8</b>	<b>9</b>	<b>10</b>
<b>Forças Extr. (daN)</b>	31,2	27,4	32,0	24,6	44,4	31,5	38,1	33,9	32,6	37,2
<b>Progressão (mm)</b>	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0

Tabela C.20: Absorção de vinho em cada rolha numerada do ensaio 5.R2.

<b>Rolha</b>	<b>Massa inicial (g)</b>	<b>Massa final (g)</b>	<b>Absorção (%)</b>
1	3,34	3,4	1,80
2	2,80	2,82	0,71
3	3,40	3,42	0,59
4	3,18	3,22	1,26
5	4,35	4,42	1,61
6	3,27	3,31	1,22
7	3,85	3,89	1,04
8	3,21	3,24	0,93
9	3,27	3,33	1,83
10	3,9	3,97	1,79

#### Anexo C.4.2. 1°C

Tabela C.21: Força de extração e migração de vinho em cada rolha numerada do ensaio 5.R2.

<b>Rolha</b>	<b>21</b>	<b>22</b>	<b>23</b>	<b>24</b>	<b>25</b>	<b>26</b>	<b>27</b>	<b>28</b>	<b>29</b>	<b>30</b>
<b>Forças Extr. (daN)</b>	33,3	31,3	36,2	36,8	38,0	27,5	29,6	34,7	30,2	32,5
<b>Progressão (mm)</b>	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0

Tabela C.22: Absorção de vinho em cada rolha numerada do ensaio 5.R2.

<b>Rolha</b>	<b>Massa inicial (g)</b>	<b>Massa final (g)</b>	<b>Absorção (%)</b>
11	3,68	3,73	1,36
12	3,44	3,49	1,45
13	3,33	3,37	1,20
14	3,36	3,39	0,89
15	3,79	3,87	2,11
16	3,17	3,21	1,26
17	3,13	3,17	1,28
18	3,35	3,39	1,19
19	3,08	3,13	1,62
20	3,6	3,62	0,56

#### Anexo C.4.3. 37°C

Tabela C.23: Força de extração e migração de vinho em cada rolha numerada do ensaio 5.R2.

<b>Rolha</b>	<b>21</b>	<b>22</b>	<b>23</b>	<b>24</b>	<b>25</b>	<b>26</b>	<b>27</b>	<b>28</b>	<b>29</b>	<b>30</b>
<b>Forças Extr. (daN)</b>	42,4	38,4	43,3	37,1	38,0	28,4	31,2	43,1	37,0	40,2
<b>Progressão (mm)</b>	12	6	21	13	4	16	10	9	11	4

Tabela C.24: Absorção de vinho em cada rolha numerada do ensaio 5.R2.

<b>Rolha</b>	<b>Massa inicial (g)</b>	<b>Massa final (g)</b>	<b>Absorção (%)</b>
21	3,61	3,7	2,49
22	3,60	3,72	3,33
23	3,59	3,77	5,01
24	3,29	3,45	4,86
25	3,78	3,85	1,85
26	3,21	3,32	3,43
27	3,58	3,63	1,40
28	3,51	3,64	3,70
29	3,37	3,5	3,86
30	3,45	3,56	3,19

## Anexo C.5. Rolhas com o tratamento de referência

### Anexo C.5.1. Temperatura ambiente

Tabela C.25: Força de extração e migração de vinho em cada rolha numerada com o tratamento de referência.

<b>Rolha</b>	<b>1</b>	<b>2</b>	<b>3</b>	<b>4</b>	<b>5</b>	<b>6</b>	<b>7</b>	<b>8</b>	<b>9</b>	<b>10</b>
<b>Forças Extr. (daN)</b>	40,1	27,5	29,9	19,7	26,6	48,7	29,8	31,3	37,6	25,4
<b>Progressão (mm)</b>	0	0	0	8	0	0	0	0	0	0

Tabela C.26: Absorção de vinho em cada rolha numerada com o tratamento de referência.

<b>Rolha</b>	<b>Massa inicial (g)</b>	<b>Massa final (g)</b>	<b>Absorção (%)</b>
1	3,74	3,77	0,80
2	3,55	3,61	1,69
3	3,83	3,89	1,57
4	2,99	3,10	3,68
5	3,07	3,13	1,95
6	4,36	4,43	1,61
7	3,10	3,20	3,23
8	3,94	4,06	3,05
9	4,50	4,60	2,22
10	3,20	3,31	3,44

### Anexo C.5.2. 1°C

Tabela C.27: Força de extração e migração de vinho em cada rolha numerada com o tratamento de referência.

<b>Rolha</b>	<b>11</b>	<b>12</b>	<b>13</b>	<b>14</b>	<b>15</b>	<b>16</b>	<b>17</b>	<b>18</b>	<b>19</b>	<b>20</b>
<b>Forças Extr. (daN)</b>	35,7	31,5	27,9	31,3	27,0	30,4	30,2	23,7	32,7	26,3
<b>Progressão (mm)</b>	3	0	0	0	0	0	0	0	0	0

Tabela C.28: Absorção de vinho em cada rolha numerada com o tratamento de referência.

<b>Rolha</b>	<b>Massa inicial (g)</b>	<b>Massa final (g)</b>	<b>Absorção (%)</b>
11	4,07	4,22	3,69
12	3,59	3,67	2,23
13	3,21	3,34	4,05
14	3,62	3,67	1,38
15	3,44	3,51	2,03
16	3,80	3,88	2,11
17	3,54	3,64	2,82
18	2,81	2,87	2,14
19	3,80	3,91	2,89
20	3,63	3,70	1,93

### Anexo C.5.3. 37°C

Tabela C.29: Força de extração e migração de vinho em cada rolha numerada com o tratamento de referência.

<b>Rolha</b>	<b>21</b>	<b>22</b>	<b>23</b>	<b>24</b>	<b>25</b>	<b>26</b>	<b>27</b>	<b>28</b>	<b>29</b>	<b>30</b>
<b>Forças Extr. (daN)</b>	21,5	28,8	25,5	50,6	21,6	27,5	23,1	27,2	19,0	53,2
<b>Progressão (mm)</b>	14	0	0	4	7	0	0	9	0	4

Tabela C.30: Absorção de vinho em cada rolha numerada com o tratamento de referência.

<b>Rolha</b>	<b>Massa inicial (g)</b>	<b>Massa final (g)</b>	<b>Absorção (%)</b>
21	3,06	3,12	1,96
22	4,25	4,32	1,65
23	3,70	3,79	2,43
24	3,14	3,22	2,55
25	3,56	3,66	2,81
26	3,82	3,95	3,40
27	3,48	3,57	2,59
28	3,52	3,65	3,69
29	3,53	3,58	1,42
30	3,32	3,40	2,41

### Anexo D. Resultados de capilaridade obtidos com as rolhas da segunda série de ensaios

Tabela D.1: Resultados de capilaridade obtidos nas rolhas da segunda série de ensaios

<b>Ensaio</b>	<b>Rolha</b>	<b>1</b>	<b>2</b>	<b>3</b>	<b>4</b>	<b>5</b>	<b>6</b>	<b>7</b>	<b>8</b>	<b>9</b>	<b>10</b>
4.R1	Progressão (mm)	0	1	0	0	3	2	0	1	1	1
4.R2		0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
5.R1		0	0	0	0	0	0	0	0	0	1
5.R2		1	0	0	1	0	0	0	1	0	0
Ref.		0	0	0	1	0	0	1	1	3	0

## Anexo E. Resultados obtidos na terceira série de ensaios ao fim de 3 dias em garrafa

### Anexo E.1. Ensaio 6

#### Anexo E.1.1. Temperatura ambiente

Tabela E.1: Força de extração e migração de vinho em cada rolha numerada do ensaio 6

<b>Rolha</b>	<b>1</b>	<b>2</b>	<b>3</b>	<b>4</b>	<b>5</b>	<b>6</b>	<b>7</b>	<b>8</b>	<b>9</b>	<b>10</b>
<b>Forças Extração (daN)</b>	23,5	29,1	37,8	33,2	38,8	43,7	52,1	37,2	42,3	37,6
<b>Progressão (mm)</b>	27	27	0	8	20	0	22	21	0	5

Tabela E.2: Absorção de vinho em cada rolha numerada do ensaio 6

<b>Rolha</b>	<b>Massa inicial (g)</b>	<b>Massa final (g)</b>	<b>Absorção (%)</b>
1	2,82	2,85	1,06
2	2,76	3,11	12,68
3	3,26	3,31	1,53
4	3,15	3,23	2,54
5	3,01	3,1	2,99
6	3,96	4,08	3,03
7	4,07	4,18	2,70
8	3,19	3,37	5,64
9	3,71	3,86	4,04
10	3,39	3,47	2,36

#### Anexo E.1.2. 1°C

Tabela E.3: Força de extração e migração de vinho em cada rolha numerada do ensaio 6

<b>Rolha</b>	<b>11</b>	<b>12</b>	<b>13</b>	<b>14</b>	<b>15</b>	<b>16</b>	<b>17</b>	<b>18</b>	<b>19</b>	<b>20</b>
<b>Forças Extração (daN)</b>	42,3	45,1	46,0	31,2	37,2	35,1	39,9	51,0	35,2	47,3
<b>Progressão (mm)</b>	16	0	0	0	0	0	0	6	0	0

Tabela E.4: Absorção de vinho em cada rolha numerada do ensaio 6

<b>Rolha</b>	<b>Massa inicial (g)</b>	<b>Massa final (g)</b>	<b>Absorção (%)</b>
11	3,4	3,48	2,35
12	3,43	3,47	1,17
13	3,49	3,57	2,29
14	2,83	2,87	1,41
15	3,24	3,25	0,31
16	3,18	3,21	0,94
17	3,38	3,40	0,59
18	3,64	3,69	1,37
19	3,28	3,37	2,74
20	3,69	3,78	2,44

### Anexo E.1.3. 37°C

Tabela E.5: Força de extração e migração de vinho em cada rolha numerada do ensaio 6

<b>Rolha</b>	<b>21</b>	<b>22</b>	<b>23</b>	<b>24</b>	<b>25</b>	<b>26</b>	<b>27</b>	<b>28</b>	<b>29</b>	<b>30</b>
<b>Forças Extração (daN)</b>	15,7	11,3	16,3	14,2	21,1	23,0	17,3	14,2	19,2	18,1
<b>Progressão (mm)</b>	40	36	43	38	43	45	45	45	45	45

Tabela E.6: Absorção de vinho em cada rolha numerada do ensaio 6

<b>Rolha</b>	<b>Massa inicial (g)</b>	<b>Massa final (g)</b>	<b>Absorção (%)</b>
21	3,26	4,00	22,70
22	3,21	4,52	40,81
23	2,81	4,03	43,42
24	2,72	3,46	27,21
25	3,43	4,25	23,91
26	3,66	4,82	31,69
27	3,13	4,26	36,10
28	3,08	3,78	22,73
29	3,16	4,05	28,16
30	3,16	4,13	30,70

### Anexo E.2. Ensaio 7

#### Anexo E.2.1. Temperatura ambiente

Tabela E.7: Força de extração e migração de vinho em cada rolha numerada do ensaio 7.

<b>Rolha</b>	<b>1</b>	<b>2</b>	<b>3</b>	<b>4</b>	<b>5</b>	<b>6</b>	<b>7</b>	<b>8</b>	<b>9</b>	<b>10</b>
<b>Forças Extração (daN)</b>	35,6	33,8	32,1	24,4	36,8	32,7	32,8	30,8	31,9	34,2
<b>Progressão (mm)</b>	11	0	11	31	24	0	26	10	31	25

Tabela E.8: Absorção de vinho em cada rolha numerada do ensaio 7.

<b>Rolha</b>	<b>Massa inicial (g)</b>	<b>Massa final (g)</b>	<b>Absorção (%)</b>
1	3,06	3,15	2,94
2	3,49	3,56	2,01
3	3,34	3,48	4,19
4	3,18	3,68	15,72
5	3,47	3,58	3,17
6	3,49	3,57	2,29
7	3,30	3,41	3,33
8	3,33	3,56	6,91
9	3,36	3,56	5,95
10	3,36	3,45	2,68

### Anexo E.2.2. 1°C

Tabela E.9: Força de extração e migração de vinho em cada rolha numerada do ensaio 7.

<b>Rolha</b>	<b>11</b>	<b>12</b>	<b>13</b>	<b>14</b>	<b>15</b>	<b>16</b>	<b>17</b>	<b>18</b>	<b>19</b>	<b>20</b>
<b>Forças Extração (daN)</b>	41,6	34,1	26,1	42,8	50,0	24,1	36,7	34,9	38,2	38,8
<b>Progressão (mm)</b>	2	0	25	0	0	0	0	12	5	9

Tabela E.10: Absorção de vinho em cada rolha numerada do ensaio 7.

<b>Rolha</b>	<b>Massa inicial (g)</b>	<b>Massa final (g)</b>	<b>Absorção (%)</b>
11	3,54	3,6	1,69
12	3,19	3,25	1,88
13	2,85	2,96	3,86
14	3,69	3,75	1,63
15	4,23	4,28	1,18
16	2,66	2,74	3,01
17	3,58	3,64	1,68
18	3,52	3,58	1,70
19	3,39	3,41	0,59
20	3,59	3,79	5,57

### Anexo E.2.3. 37°C

Tabela E.11: Força de extração e migração de vinho em cada rolha numerada do ensaio 7.

<b>Rolha</b>	<b>21</b>	<b>22</b>	<b>23</b>	<b>24</b>	<b>25</b>	<b>26</b>	<b>27</b>	<b>28</b>	<b>29</b>	<b>30</b>
<b>Forças Extração (daN)</b>	19,9	25,9	17,8	14,4	12,0	23,8	26,0	18,5	18,5	13,4
<b>Progressão (mm)</b>	45	45	45	39	39	45	45	45	45	33

Tabela E.12: Absorção de vinho em cada rolha numerada do ensaio 7.

<b>Rolha</b>	<b>Massa inicial (g)</b>	<b>Massa final (g)</b>	<b>Absorção (%)</b>
21	3,82	4,75	24,35
22	4,18	5,31	27,03
23	3,11	4,08	31,19
24	3,28	4,27	30,18
25	3,39	4,22	24,48
26	3,76	4,99	32,71
27	3,93	5,05	28,50
28	3,53	4,81	36,26
29	3,41	4,73	38,71
30	3,29	4,07	23,71

## Anexo E.3. Ensaio 8

### Anexo E.3.1. Temperatura ambiente

Tabela E.13: Força de extração e migração de vinho em cada rolha numerada do ensaio 8.

<b>Rolha</b>	<b>1</b>	<b>2</b>	<b>3</b>	<b>4</b>	<b>5</b>	<b>6</b>	<b>7</b>	<b>8</b>	<b>9</b>	<b>10</b>
<b>Forças Extração (daN)</b>	27,2	32,0	21,7	30,7	39,8	26,5	34,4	19,2	39,2	21,2
<b>Progressão (mm)</b>	29	6	9	24	13	6	17	27	29	27

Tabela E.14: Absorção de vinho em cada rolha numerada do ensaio 8.

<b>Rolha</b>	<b>Massa inicial (g)</b>	<b>Massa final (g)</b>	<b>Absorção (%)</b>
1	3,12	3,25	4,17
2	3,38	3,5	3,55
3	2,87	2,94	2,44
4	3,47	3,7	6,63
5	4,14	4,28	3,38
6	3,04	3,19	4,93
7	3,36	3,44	2,38
8	3,04	3,36	10,53
9	3,86	4,05	4,92
10	2,67	2,84	6,37

### Anexo E.3.2. 1°C

Tabela E.15: Força de extração e migração de vinho em cada rolha numerada do ensaio 8.

<b>Rolha</b>	<b>11</b>	<b>12</b>	<b>13</b>	<b>14</b>	<b>15</b>	<b>16</b>	<b>17</b>	<b>18</b>	<b>19</b>	<b>20</b>
<b>Forças Extração (daN)</b>	22,1	40,5	30,0	26,2	26,1	29,3	31,8	23,1	17,9	28,9
<b>Progressão (mm)</b>	0	0	12	7	6	6	6	6	29	0

Tabela E.16: Absorção de vinho em cada rolha numerada do ensaio 8.

<b>Rolha</b>	<b>Massa inicial (g)</b>	<b>Massa final (g)</b>	<b>Absorção (%)</b>
11	3,34	3,36	0,60
12	3,72	3,76	1,08
13	3,18	3,25	2,20
14	3,09	3,12	0,97
15	2,89	2,92	1,04
16	3,3	3,32	0,61
17	3,24	3,32	2,47
18	3,10	3,13	0,97
19	2,49	2,58	3,61
20	3,55	3,61	1,69



### Anexo E.3.3. 37°C

Tabela E.17: Força de extração e migração de vinho em cada rolha numerada do ensaio 8.

<b>Rolha</b>	<b>21</b>	<b>22</b>	<b>23</b>	<b>24</b>	<b>25</b>	<b>26</b>	<b>27</b>	<b>28</b>	<b>29</b>	<b>30</b>
<b>Forças Extração (daN)</b>	11,3	14,6	9,7	16,3	14,4	10,0	16,1	11,6	11,8	13,4
<b>Progressão (mm)</b>	44	45	41	45	45	40	45	38	45	45

Tabela E.18: Absorção de vinho em cada rolha numerada do ensaio 8.

<b>Rolha</b>	<b>Massa inicial (g)</b>	<b>Massa final (g)</b>	<b>Absorção (%)</b>
21	3,40	4,49	32,06
22	3,37	4,13	22,55
23	3,02	3,76	24,50
24	3,48	4,40	26,44
25	3,52	4,89	38,92
26	3,21	3,90	21,50
27	3,62	4,46	23,20
28	3,72	3,90	4,84
29	2,87	3,71	29,27
30	3,26	4,22	29,45

### Anexo E.4. Ensaio 9

#### Anexo E.4.1. Temperatura ambiente

Tabela E.19: Força de extração e migração de vinho em cada rolha numerada do ensaio 9.

<b>Rolha</b>	<b>1</b>	<b>2</b>	<b>3</b>	<b>4</b>	<b>5</b>	<b>6</b>	<b>7</b>	<b>8</b>	<b>9</b>	<b>10</b>
<b>Forças Extração (daN)</b>	29,6	22,3	22,1	28,8	23,4	31,5	31,9	37,7	21,0	30,5
<b>Progressão (mm)</b>	27	32	27	9	28	26	30	23	6	3

Tabela E.20: Absorção de vinho em cada rolha numerada do ensaio 9.

<b>Rolha</b>	<b>Massa inicial (g)</b>	<b>Massa final (g)</b>	<b>Absorção (%)</b>
1	3,18	3,30	3,77
2	2,93	3,06	4,44
3	2,93	3,17	8,19
4	3,20	3,37	5,31
5	2,74	2,90	5,84
6	3,55	3,72	4,79
7	3,81	3,98	4,46
8	4,02	4,15	3,23
9	2,70	2,80	3,70
10	3,49	3,56	2,01

#### Anexo E.4.2. 1°C

Tabela E.21: Força de extração e migração de vinho em cada rolha numerada do ensaio 9.

<b>Rolha</b>	<b>11</b>	<b>12</b>	<b>13</b>	<b>14</b>	<b>15</b>	<b>16</b>	<b>17</b>	<b>18</b>	<b>19</b>	<b>20</b>
<b>Forças Extração (daN)</b>	28,8	35,3	31,1	37,9	35,1	38,3	28,0	35,6	32,9	35,4
<b>Progressão (mm)</b>	29	0	26	16	9	0	14	0	0	0

Tabela E.22: Absorção de vinho em cada rolha numerada do ensaio 9.

<b>Rolha</b>	<b>Massa inicial (g)</b>	<b>Massa final (g)</b>	<b>Absorção (%)</b>
11	3,34	3,36	0,60
12	3,72	3,76	1,08
13	3,18	3,25	2,20
14	3,09	3,12	0,97
15	2,89	2,92	1,04
16	3,30	3,32	0,61
17	3,24	3,32	2,47
18	3,10	3,13	0,97
19	2,49	2,58	3,61
20	3,55	3,61	1,69

#### Anexo E.4.3. 37°C

Tabela E.23: Força de extração e migração de vinho em cada rolha numerada do ensaio 9.

<b>Rolha</b>	<b>21</b>	<b>22</b>	<b>23</b>	<b>24</b>	<b>25</b>	<b>26</b>	<b>27</b>	<b>28</b>	<b>29</b>	<b>30</b>
<b>Forças Extração (daN)</b>	21,0	17,2	19,5	26,1	25,3	11,4	15,1	16,5	14,1	23,7
<b>Progressão (mm)</b>	45	45	45	45	38	41	38	42	44	45

Tabela E.24: Absorção de vinho em cada rolha numerada do ensaio 9.

<b>Rolha</b>	<b>Massa inicial (g)</b>	<b>Massa final (g)</b>	<b>Absorção (%)</b>
21	4,01	5,20	29,68
22	3,54	4,40	24,29
23	3,50	4,22	20,57
24	3,71	4,89	31,81
25	4,04	5,04	24,75
26	2,96	3,52	18,92
27	2,87	3,75	30,66
28	3,15	3,87	22,86
29	2,99	4,57	52,84
30	3,47	3,71	6,92

## Anexo E.5. Ensaio 10

### Anexo E.5.1. Temperatura ambiente

Tabela E.25: Força de extração e migração de vinho em cada rolha numerada do ensaio 10.

<b>Rolha</b>	<b>1</b>	<b>2</b>	<b>3</b>	<b>4</b>	<b>5</b>	<b>6</b>	<b>7</b>	<b>8</b>	<b>9</b>	<b>10</b>
<b>Forças Extração (daN)</b>	28,9	32,5	28,4	26,1	21,8	28,3	27,1	29,7	21,9	35,9
<b>Progressão (mm)</b>	27	13	0	28	28	28	24	13	11	32

Tabela E.26: Absorção de vinho em cada rolha numerada do ensaio 10.

<b>Rolha</b>	<b>Massa inicial (g)</b>	<b>Massa final (g)</b>	<b>Absorção (%)</b>
1	3,04	3,11	2,30
2	3,61	3,69	2,22
3	2,99	3,04	1,67
4	3,44	3,62	5,23
5	2,68	2,82	5,22
6	3,05	3,17	3,93
7	2,98	3,12	4,70
8	3,41	3,54	3,81
9	2,64	2,73	3,41
10	3,84	4,16	8,33

### Anexo E.5.2. 1°C

Tabela E.27: Força de extração e migração de vinho em cada rolha numerada do ensaio 10.

<b>Rolha</b>	<b>11</b>	<b>12</b>	<b>13</b>	<b>14</b>	<b>15</b>	<b>16</b>	<b>17</b>	<b>18</b>	<b>19</b>	<b>20</b>
<b>Forças Extração (daN)</b>	28,2	37,4	36,2	33,3	27,0	26,5	38,4	29,7	25,0	34,9
<b>Progressão (mm)</b>	14	0	5	4	0	0	0	5	6	11

Tabela E.28: Absorção de vinho em cada rolha numerada do ensaio 10.

<b>Rolha</b>	<b>Massa inicial (g)</b>	<b>Massa final (g)</b>	<b>Absorção (%)</b>
11	3,11	3,16	1,61
12	3,60	3,67	1,94
13	3,77	3,85	2,12
14	3,44	3,49	1,45
15	3,12	3,18	1,92
16	3,24	3,29	1,54
17	3,41	3,45	1,17
18	3,38	3,44	1,78
19	2,97	3,02	1,68
20	3,65	3,71	1,64

### Anexo E.5.3. 37°C

Tabela E.29: Força de extração e migração de vinho em cada rolha numerada do ensaio 10.

<b>Rolha</b>	<b>21</b>	<b>22</b>	<b>23</b>	<b>24</b>	<b>25</b>	<b>26</b>	<b>27</b>	<b>28</b>	<b>29</b>	<b>30</b>
<b>Forças Extração (daN)</b>	10,6	14,9	22,4	20,5	22,5	18,3	16,4	13,7	12,2	23,2
<b>Progressão (mm)</b>	45	43	43	45	45	45	45	44	43	39

Tabela E.30: Absorção de vinho em cada rolha numerada do ensaio 10.

<b>Rolha</b>	<b>Massa inicial (g)</b>	<b>Massa final (g)</b>	<b>Absorção (%)</b>
21	2,5	3,23	29,20
22	3,04	3,91	28,62
23	3,85	4,64	20,52
24	3,38	4,32	27,81
25	3,79	5,01	32,19
26	3,73	4,79	28,42
27	3,49	4,72	35,24
28	3,47	4,83	39,19
29	3,14	3,97	26,43
30	3,50	4,57	30,57

### Anexo E.6. Ref. 1

#### Anexo E.6.1. Temperatura ambiente

Tabela E.31: Força de extração e migração de vinho em cada rolha numerada da Ref. 1.

<b>Rolha</b>	<b>1</b>	<b>2</b>	<b>3</b>	<b>4</b>	<b>5</b>	<b>6</b>	<b>7</b>	<b>8</b>	<b>9</b>	<b>10</b>
<b>Forças Extração (daN)</b>	21,6	26,8	24,7	17,9	27,8	27,3	24,3	21,8	21,8	29,0
<b>Progressão (mm)</b>	33	0	0	27	25	26	0	26	24	22

Tabela E.32: Absorção de vinho em cada rolha numerada da Ref. 1.

<b>Rolha</b>	<b>Massa inicial (g)</b>	<b>Massa final (g)</b>	<b>Absorção (%)</b>
1	3,03	3,19	5,28
2	3,26	3,31	1,53
3	3,33	3,46	3,90
4	2,96	3,17	7,09
5	3,57	3,74	4,76
6	3,37	3,48	3,26
7	3,41	3,56	4,40
8	3,25	3,48	7,08
9	2,88	3,01	4,51
10	2,95	3,02	2,37

## Anexo E.6.2. 1°C

Tabela E.33: Força de extração e migração de vinho em cada rolha numerada da Ref. 1.

<b>Rolha</b>	<b>11</b>	<b>12</b>	<b>13</b>	<b>14</b>	<b>15</b>	<b>16</b>	<b>17</b>	<b>18</b>	<b>19</b>	<b>20</b>
<b>Forças Extração (daN)</b>	27,0	33,2	27,9	35,1	33,3	29,6	33,2	26,8	28,4	26,6
<b>Progressão (mm)</b>	0	0	0	0	6	0	0	0	0	10

Tabela E.34: Absorção de vinho em cada rolha numerada da Ref. 1.

<b>Rolha</b>	<b>Massa inicial (g)</b>	<b>Massa final (g)</b>	<b>Absorção (%)</b>
11	3,12	3,16	1,28
12	3,62	3,66	1,10
13	3,24	3,31	2,16
14	3,97	4,01	1,01
15	3,9	3,93	0,77
16	3,41	3,44	0,88
17	3,46	3,49	0,87
18	2,94	2,95	0,34
19	2,90	2,94	1,38
20	3,13	3,2	2,24

## Anexo E.6.3. 37°C

Tabela E.35: Força de extração e migração de vinho em cada rolha numerada da Ref. 1.

<b>Rolha</b>	<b>21</b>	<b>22</b>	<b>23</b>	<b>24</b>	<b>25</b>	<b>26</b>	<b>27</b>	<b>28</b>	<b>29</b>	<b>30</b>
<b>Forças Extração (daN)</b>	9,9	15,0	20,1	17,6	24,3	20,1	16,4	13,0	8,6	10,5
<b>Progressão (mm)</b>	45	32	25	41	44	45	31	45	45	40

Tabela E.36: Absorção de vinho em cada rolha numerada da Ref. 1.

<b>Rolha</b>	<b>Massa inicial (g)</b>	<b>Massa final (g)</b>	<b>Absorção (%)</b>
21	2,88	3,86	34,03
22	3,20	3,92	22,50
23	3,04	4,21	38,49
24	3,21	3,85	19,94
25	3,60	4,39	21,94
26	3,40	4,06	19,41
27	3,48	4,47	28,45
28	3,13	3,87	23,64
29	2,65	3,57	34,72
30	3,11	3,88	24,76

## Anexo E.7. Ref. 2

### Anexo E.7.1. Temperatura ambiente

Tabela E.37: Força de extração e migração de vinho em cada rolha numerada da Ref. 2.

<b>Rolha</b>	<b>1</b>	<b>2</b>	<b>3</b>	<b>4</b>	<b>5</b>	<b>6</b>	<b>7</b>	<b>8</b>	<b>9</b>	<b>10</b>
<b>Forças Extração (daN)</b>	21,8	23,3	29,0	22,3	20,5	25,6	23,5	22,2	29,5	20,5
<b>Progressão (mm)</b>	24	39	30	0	3	3	23	2	7	29

Tabela E.38: Absorção de vinho em cada rolha numerada da Ref. 2.

<b>Rolha</b>	<b>Massa inicial (g)</b>	<b>Massa final (g)</b>	<b>Absorção (%)</b>
1	3,21	3,35	4,36
2	3,18	3,33	4,72
3	3,94	4,14	5,08
4	3,71	3,81	2,70
5	3,11	3,17	1,93
6	3,31	3,45	4,23
7	3,17	3,56	12,30
8	2,95	3,03	2,71
9	3,72	3,88	4,30
10	3,15	3,56	13,02

### Anexo E.7.2. 1°C

Tabela E.39: Força de extração e migração de vinho em cada rolha numerada da Ref. 2.

<b>Rolha</b>	<b>11</b>	<b>12</b>	<b>13</b>	<b>14</b>	<b>15</b>	<b>16</b>	<b>17</b>	<b>18</b>	<b>19</b>	<b>20</b>
<b>Forças Extração (daN)</b>	23,0	32,8	25,6	25,6	33,6	29,0	31,4	32,5	29,5	32,8
<b>Progressão (mm)</b>	7	0	0	0	0	0	0	0	0	0

Tabela E.40: Absorção de vinho em cada rolha numerada da Ref. 2.

<b>Rolha</b>	<b>Massa inicial (g)</b>	<b>Massa final (g)</b>	<b>Absorção (%)</b>
11	3,12	3,21	2,88
12	4,06	4,16	2,46
13	2,88	2,92	1,39
14	2,88	2,94	2,08
15	3,56	3,62	1,69
16	3,61	3,62	0,28
17	3,65	3,70	1,37
18	3,85	3,96	2,86
19	2,98	3,04	2,01
20	3,78	3,87	2,38

### Anexo E.7.3. 37°C

Tabela E.41: Força de extração e migração de vinho em cada rolha numerada da Ref. 2.

<b>Rolha</b>	<b>21</b>	<b>22</b>	<b>23</b>	<b>24</b>	<b>25</b>	<b>26</b>	<b>27</b>	<b>28</b>	<b>29</b>	<b>30</b>
<b>Forças Extração (daN)</b>	20,5	31,6	16,5	20,8	21,9	22,0	13,4	19,9	29,6	29,6
<b>Progressão (mm)</b>	43	31	44	44	31	32	40	45	42	41

Tabela E.42: Absorção de vinho em cada rolha numerada da Ref. 2.

<b>Rolha</b>	<b>Massa inicial (g)</b>	<b>Massa final (g)</b>	<b>Absorção (%)</b>
21	3,64	4,69	28,85
22	3,59	4,51	25,63
23	3,44	4,28	24,42
24	4,21	5,18	23,04
25	4,46	5,64	26,46
26	3,10	3,76	21,29
27	2,87	3,61	25,78
28	3,76	4,89	30,05
29	4,03	4,96	23,08
30	4,57	5,38	17,72

### Anexo E.8. Ref. 3

#### Anexo E.8.1. Temperatura ambiente

Tabela E.43: Força de extração e migração de vinho em cada rolha numerada da Ref. 3.

<b>Rolha</b>	<b>1</b>	<b>2</b>	<b>3</b>	<b>4</b>	<b>5</b>	<b>6</b>	<b>7</b>	<b>8</b>	<b>9</b>	<b>10</b>
<b>Forças Extração (daN)</b>	21,9	28,6	33,5	25,3	24,4	33,9	34,6	20,4	28,8	25,6
<b>Progressão (mm)</b>	25	19	29	0	22	0	25	24	7	27

Tabela E.44: Absorção de vinho em cada rolha numerada da Ref. 3.

<b>Rolha</b>	<b>Massa inicial (g)</b>	<b>Massa final (g)</b>	<b>Absorção (%)</b>
1	3,19	3,4	6,58
2	3,39	3,74	10,32
3	3,74	3,90	4,28
4	3,54	3,62	2,26
5	3,31	3,44	3,93
6	3,91	4,17	6,65
7	3,71	3,85	3,77
8	3,17	3,35	5,68
9	3,89	4,12	5,91
10	3,52	3,74	6,25

## Anexo E.8.2. 1°C

Tabela E.45: Força de extração e migração de vinho em cada rolha numerada da Ref. 3.

<b>Rolha</b>	<b>11</b>	<b>12</b>	<b>13</b>	<b>14</b>	<b>15</b>	<b>16</b>	<b>17</b>	<b>18</b>	<b>19</b>	<b>20</b>
<b>Forças Extração (daN)</b>	34,6	40,4	26,8	31,7	25,1	29,9	23,1	23,6	30,0	27,1
<b>Progressão (mm)</b>	0	0	0	0	5	0	6	0	0	12

Tabela E.46: Absorção de vinho em cada rolha numerada da Ref. 3.

<b>Rolha</b>	<b>Massa inicial (g)</b>	<b>Massa final (g)</b>	<b>Absorção (%)</b>
11	3,46	3,51	1,45
12	4,44	4,49	1,13
13	3,18	3,23	1,57
14	3,62	3,68	1,66
15	3,28	3,39	3,35
16	3,61	3,68	1,94
17	3,01	3,15	4,65
18	3,11	3,25	4,50
19	3,45	3,53	2,32
20	3,18	3,33	4,72

## Anexo E.8.3. 37°C

Tabela E.47: Força de extração e migração de vinho em cada rolha numerada da Ref. 3.

<b>Rolha</b>	<b>21</b>	<b>22</b>	<b>23</b>	<b>24</b>	<b>25</b>	<b>26</b>	<b>27</b>	<b>28</b>	<b>29</b>	<b>30</b>
<b>Forças Extração (daN)</b>	8,4	30,5	27,5	17,5	19,2	16,8	11,3	15,5	29,6	17,6
<b>Progressão (mm)</b>	44	31	45	27	44	30	43	43	42	45

Tabela E.48: Absorção de vinho em cada rolha numerada da Ref. 3.

<b>Rolha</b>	<b>Massa inicial (g)</b>	<b>Massa final (g)</b>	<b>Absorção (%)</b>
21	2,90	3,85	32,76
22	3,60	4,32	20,00
23	3,83	4,59	19,84
24	3,93	4,88	24,17
25	3,30	4,25	28,79
26	3,92	4,89	24,74
27	2,97	4,51	51,85
28	2,97	4,12	38,72
29	3,84	3,96	3,13
30	2,98	3,41	14,43



## Anexo E.9. Ref. 4

### Anexo E.9.1. Temperatura ambiente

Tabela E.49: Força de extração e migração de vinho em cada rolha numerada da Ref. 4.

<b>Rolha</b>	<b>1</b>	<b>2</b>	<b>3</b>	<b>4</b>	<b>5</b>	<b>6</b>	<b>7</b>	<b>8</b>	<b>9</b>	<b>10</b>
<b>Forças Extração (daN)</b>	30,1	21,0	26,7	25,0	24,3	25,8	24,2	24,0	22,9	22,7
<b>Progressão (mm)</b>	0	24	5	5	0	34	0	7	25	0

Tabela E.50: Absorção de vinho em cada rolha numerada da Ref. 4.

<b>Rolha</b>	<b>Massa inicial (g)</b>	<b>Massa final (g)</b>	<b>Absorção (%)</b>
1	4,34	4,47	3,00
2	2,97	3,10	4,38
3	3,05	3,11	1,97
4	3,40	3,56	4,71
5	4,14	4,26	2,90
6	3,46	3,57	3,18
7	3,55	3,59	1,13
8	3,17	3,26	2,84
9	3,35	3,79	13,13
10	3,21	3,38	5,30

### Anexo E.9.2. 1°C

Tabela E.51: Força de extração e migração de vinho em cada rolha numerada da Ref. 4.

<b>Rolha</b>	<b>11</b>	<b>12</b>	<b>13</b>	<b>14</b>	<b>15</b>	<b>16</b>	<b>17</b>	<b>18</b>	<b>19</b>	<b>20</b>
<b>Forças Extração (daN)</b>	25,5	26,1	25,7	52,8	35,6	29,0	40,1	26,0	30,0	35,1
<b>Progressão (mm)</b>	0	0	0	16	8	8	15	6	12	0

Tabela E.52: Absorção de vinho em cada rolha numerada da Ref. 4.

<b>Rolha</b>	<b>Massa inicial (g)</b>	<b>Massa final (g)</b>	<b>Absorção (%)</b>
11	3,29	3,31	0,61
12	3,66	3,73	1,91
13	3,30	3,40	3,03
14	5,57	6,23	11,85
15	3,96	4,06	2,53
16	3,55	3,70	4,23
17	4,78	4,91	2,72
18	2,89	3,00	3,81
19	3,24	3,31	2,16
20	4,11	4,20	2,19

### Anexo E.9.3. 37°C

Tabela E.53: Força de extração e migração de vinho em cada rolha numerada da Ref. 4.

<b>Rolha</b>	<b>21</b>	<b>22</b>	<b>23</b>	<b>24</b>	<b>25</b>	<b>26</b>	<b>27</b>	<b>28</b>	<b>29</b>	<b>30</b>
<b>Forças Extração (daN)</b>	12,6	18,6	20,4	25,5	11,6	16,0	13,1	22,4	15,7	19,2
<b>Progressão (mm)</b>	41	43	44	35	44	44	38	44	45	27

Tabela E.54: Absorção de vinho em cada rolha numerada da Ref. 4.

<b>Rolha</b>	<b>Massa inicial (g)</b>	<b>Massa final (g)</b>	<b>Absorção (%)</b>
21	2,90	3,88	33,79
22	3,55	4,78	34,65
23	3,48	4,31	23,85
24	3,57	4,39	22,97
25	2,99	3,80	27,09
26	3,12	4,14	32,69
27	2,92	3,81	30,48
28	3,61	4,47	23,82
29	3,42	4,64	35,67
30	2,92	3,70	26,71

### Anexo E.10. Ref. 5

#### Anexo E.10.1. Temperatura ambiente

Tabela E.55: Força de extração e migração de vinho em cada rolha numerada da Ref. 5.

<b>Rolha</b>	<b>1</b>	<b>2</b>	<b>3</b>	<b>4</b>	<b>5</b>	<b>6</b>	<b>7</b>	<b>8</b>	<b>9</b>	<b>10</b>
<b>Forças Extração (daN)</b>	29,4	30,9	22,2	22,1	19,7	24,5	29,0	29,9	27,5	21,7
<b>Progressão (mm)</b>	0	0	15	27	24	0	5	23	0	4

Tabela E.56: Absorção de vinho em cada rolha numerada da Ref. 5.

<b>Rolha</b>	<b>Massa inicial (g)</b>	<b>Massa final (g)</b>	<b>Absorção (%)</b>
1	3,38	3,52	4,14
2	4,20	4,31	2,62
3	3,39	3,62	6,78
4	3,21	3,32	3,43
5	3,10	3,27	5,48
6	3,63	3,80	4,68
7	3,82	3,94	3,14
8	3,57	3,70	3,64
9	3,78	3,9	3,17
10	3,21	3,29	2,49

## Anexo E.10.2. 1°C

Tabela E.57: Força de extração e migração de vinho em cada rolha numerada da Ref. 5.

<b>Rolha</b>	<b>11</b>	<b>12</b>	<b>13</b>	<b>14</b>	<b>15</b>	<b>16</b>	<b>17</b>	<b>18</b>	<b>19</b>	<b>20</b>
<b>Forças Extração (daN)</b>	24,2	28,6	35,4	23,9	30,5	31,7	32,7	29,5	31,3	24,3
<b>Progressão (mm)</b>	7	0	0	0	0	10	0	0	0	6

Tabela E.58: Absorção de vinho em cada rolha numerada da Ref. 5.

<b>Rolha</b>	<b>Massa inicial (g)</b>	<b>Massa final (g)</b>	<b>Absorção (%)</b>
11	2,98	3,08	3,36
12	3,25	3,33	2,46
13	3,87	3,96	2,33
14	3,11	3,2	2,89
15	3,81	3,89	2,10
16	3,77	3,84	1,86
17	3,61	3,76	4,16
18	3,37	3,49	3,56
19	3,74	3,84	2,67
20	3,11	3,18	2,25

## Anexo E.10.3. 37°C

Tabela E.59: Força de extração e migração de vinho em cada rolha numerada da Ref. 5.

<b>Rolha</b>	<b>21</b>	<b>22</b>	<b>23</b>	<b>24</b>	<b>25</b>	<b>26</b>	<b>27</b>	<b>28</b>	<b>29</b>	<b>30</b>
<b>Forças Extração (daN)</b>	23,4	14,8	24,7	19,8	18,4	16,2	15,0	22,7	13,6	19,1
<b>Progressão (mm)</b>	44	38	44	35	40	34	45	45	41	45

Tabela E.60: Absorção de vinho em cada rolha numerada da Ref. 5.

<b>Rolha</b>	<b>Massa inicial (g)</b>	<b>Massa final (g)</b>	<b>Absorção (%)</b>
21	4,5	5,48	21,78
22	3,38	4,45	31,66
23	4,27	5,70	33,49
24	3,69	4,44	20,33
25	3,43	4,22	23,03
26	3,3	3,97	20,30
27	3,00	5,68	89,33
28	3,25	4,51	38,77
29	3,58	4,56	27,37
30	3,71	5,24	41,24

## Anexo F. Resultados de capilaridade obtidos com as rolhas da segunda série de ensaios

Tabela F.1: Resultados de capilaridade obtidos nas rolhas da terceira série de ensaios

Ensaio	Rolha	1	2	3	4	5	6
6	Progressão (mm)	0	0	2	0	0	0
7		0	1	0	1	0	0
8		0	0	0	0	0	0
9		0	0	0	0	0	0
10		0	0	0	0	0	0
Ref. 1		0	0	0	0	0	0
Ref. 2		0	0	0	0	0	0
Ref. 3		0	0	0	0	0	0
Ref. 4		0	0	0	0	0	0
Ref. 5		0	0	0	0	0	0

## Anexo G. Teor de pó libertado nas rolhas da terceira série de ensaios

Tabela G.1: Resultados de do teor de pó libertado pelas rolhas da terceira série de ensaios

Ensaio	Matraz	Massa inicial (g)	Massa final (g)	Massa total de pó (g)	Massa de pó/rolha (g)
6	1	12,6270	12,6303	0,0034	0,0007
	2	35,8868	35,8894	0,0027	0,0005
	3	35,1355	35,1393	0,0038	0,0008
7	1	12,6263	12,6280	0,0017	0,0003
	2	13,0330	13,0361	0,0031	0,0006
	3	35,8857	35,8873	0,0017	0,0003
8	1	35,6378	35,6411	0,0033	0,0007
	2	35,1349	35,1373	0,0025	0,0005
	3	50,5466	50,5500	0,0034	0,0007
9	1	36,1854	36,1867	0,0014	0,0003
	2	35,1822	35,1849	0,0027	0,0005
	3	35,1623	35,1649	0,0027	0,0005
10	1	49,1854	49,1905	0,0052	0,0010
	2	41,2654	41,2668	0,0014	0,0003
	3	41,2853	41,2867	0,0014	0,0003
Ref. 1	1	35,6389	35,6418	0,0029	0,0006
	2	50,5476	50,5489	0,0014	0,0003
	3	35,1353	35,1385	0,0033	0,0007
Ref. 2	1	35,0867	35,0889	0,0023	0,0005
	2	13,0337	13,0360	0,0023	0,0005
	3	36,1849	36,1868	0,0019	0,0004
Ref. 3	1	42,0702	42,0723	0,0022	0,0004
	2	41,2867	41,2887	0,0020	0,0004
	3	12,6269	12,6295	0,0027	0,0005
Ref. 4	1	13,0335	13,0354	0,0019	0,0004
	2	41,2660	41,2681	0,0021	0,0004
	3	49,1896	49,1906	0,0010	0,0002
Ref. 5	1	41,2866	41,2884	0,0019	0,0004
	2	42,0696	42,0720	0,0025	0,0005
	3	35,6386	35,6407	0,0022	0,0004

## Anexo H. Teste de comportamento à vedação das rolhas da terceira série de ensaios

Tabela H.1: Resultados do teste de comportamento à vedação das rolhas da terceira série de ensaios

Ensaio	Fuga	Pressão ar comprimido			
		0 bar	0,5 bar	1 bar	1,5 bar
6	Centro	0	0	1	0
	Lateral	0	0	0	2
7	Centro	0	0	0	1
	Lateral	0	0	0	
8	Centro	0	0	0	0
	Lateral	0	0	0	0
9	Centro	0	0	0	0
	Lateral	0	0	0	0
10	Centro	0	0	0	0
	Lateral	0	0	0	3
Ref. 1	Centro	0	0	0	0
	Lateral	0	0	0	0
Ref. 2	Centro	0	0	0	0
	Lateral	0	0	0	1
Ref. 3	Centro	0	0	0	0
	Lateral	0	0	0	1
Ref. 4	Centro	0	0	0	0
	Lateral	0	0	0	0
Ref. 5	Centro	0	0	0	0
	Lateral	0	0	0	3

## Anexo I. Teste de Kruskal-Wallis

### Anexo I.1. Primeira série de ensaios

Each node shows the sample average rank of V4.

Sample1-Sample2	Test Statistic	Std. Error	Std. Test Statistic	Sig.	Adj.Sig.
Referência-Ensaio 2 s/d	73,760	26,009	2,836	,005	,165
Referência-Ensaio 4	85,690	26,009	3,295	,001	,035
Referência-Ensaio 2 c/d	98,590	26,009	3,791	,000	,005
Referência-Ensaio 5	154,660	26,009	5,946	,000	,000
Referência-Ensaio 3.R1	262,950	26,009	10,110	,000	,000
Referência-Ensaio 1	268,100	26,009	10,308	,000	,000
Referência-Ensaio 3.R2	276,950	26,009	10,648	,000	,000
Referência-Ensaio 3	302,640	26,009	11,636	,000	,000
Ensaio 2 s/d-Ensaio 4	-11,930	26,009	-,459	,646	1,000
Ensaio 2 s/d-Ensaio 2 c/d	24,830	26,009	,955	,340	1,000
Ensaio 2 s/d-Ensaio 5	-80,900	26,009	-3,110	,002	,067
Ensaio 2 s/d-Ensaio 3.R1	-189,190	26,009	-7,274	,000	,000
Ensaio 2 s/d-Ensaio 1	194,340	26,009	7,472	,000	,000
Ensaio 2 s/d-Ensaio 3.R2	-203,190	26,009	-7,812	,000	,000
Ensaio 2 s/d-Ensaio 3	-228,880	26,009	-8,800	,000	,000
Ensaio 4-Ensaio 2 c/d	12,900	26,009	,496	,620	1,000
Ensaio 4-Ensaio 5	-68,970	26,009	-2,652	,008	,288
Ensaio 4-Ensaio 3.R1	177,260	26,009	6,815	,000	,000
Ensaio 4-Ensaio 1	182,410	26,009	7,013	,000	,000
Ensaio 4-Ensaio 3.R2	191,260	26,009	7,354	,000	,000
Ensaio 4-Ensaio 3	216,950	26,009	8,341	,000	,000
Ensaio 2 c/d-Ensaio 5	-56,070	26,009	-2,156	,031	1,000
Ensaio 2 c/d-Ensaio 3.R1	-164,360	26,009	-6,319	,000	,000
Ensaio 2 c/d-Ensaio 1	169,510	26,009	6,517	,000	,000
Ensaio 2 c/d-Ensaio 3.R2	-178,360	26,009	-6,858	,000	,000
Ensaio 2 c/d-Ensaio 3	-204,050	26,009	-7,845	,000	,000
Ensaio 5-Ensaio 3.R1	108,290	26,009	4,164	,000	,001
Ensaio 5-Ensaio 1	113,440	26,009	4,362	,000	,000
Ensaio 5-Ensaio 3.R2	122,290	26,009	4,702	,000	,000
Ensaio 5-Ensaio 3	147,980	26,009	5,690	,000	,000
Ensaio 3.R1-Ensaio 1	5,150	26,009	,198	,843	1,000
Ensaio 3.R1-Ensaio 3.R2	-14,000	26,009	-,538	,590	1,000
Ensaio 3.R1-Ensaio 3	39,690	26,009	1,526	,127	1,000
Ensaio 1-Ensaio 3.R2	-8,850	26,009	-,340	,734	1,000
Ensaio 1-Ensaio 3	-34,540	26,009	-1,328	,184	1,000
Ensaio 3.R2-Ensaio 3	25,690	26,009	,988	,323	1,000

Each row tests the null hypothesis that the Sample 1 and Sample 2 distributions are the same. Asymptotic significances (2-sided tests) are displayed. The significance level is ,05.

Figura I.1: Teste de Kruskal-Wallis com os resultados das forças de extração.

Each node shows the sample average rank of V4.

Sample1-Sample2	Test Statistic	Std. Error	Std. Test Statistic	Sig.	Adj.Sig.
Referência-Ensaio 2 s/d	10,150	24,984	,406	,685	1,000
Referência-Ensaio 3.R2	56,780	24,984	2,273	,023	,830
Referência-Ensaio 2 c/d	82,970	24,984	3,321	,001	,032
Referência-Ensaio 5	86,110	24,984	3,447	,001	,020
Referência-Ensaio 1	92,220	24,984	3,691	,000	,008
Referência-Ensaio 4	127,620	24,984	5,108	,000	,000
Referência-Ensaio 3	133,210	24,984	5,332	,000	,000
Referência-Ensaio 3.R1	138,500	24,984	5,544	,000	,000
Ensaio 2 s/d-Ensaio 3.R2	-46,630	24,984	-1,866	,062	1,000
Ensaio 2 s/d-Ensaio 2 c/d	72,820	24,984	2,915	,004	,128
Ensaio 2 s/d-Ensaio 5	-75,960	24,984	-3,040	,002	,085
Ensaio 2 s/d-Ensaio 1	82,070	24,984	3,285	,001	,037
Ensaio 2 s/d-Ensaio 4	-117,470	24,984	-4,702	,000	,000
Ensaio 2 s/d-Ensaio 3	-123,060	24,984	-4,926	,000	,000
Ensaio 2 s/d-Ensaio 3.R1	-128,350	24,984	-5,137	,000	,000
Ensaio 3.R2-Ensaio 2 c/d	26,190	24,984	1,048	,295	1,000
Ensaio 3.R2-Ensaio 5	-29,330	24,984	-1,174	,240	1,000
Ensaio 3.R2-Ensaio 1	35,440	24,984	1,419	,156	1,000
Ensaio 3.R2-Ensaio 4	-70,840	24,984	-2,835	,005	,165
Ensaio 3.R2-Ensaio 3	76,430	24,984	3,059	,002	,080
Ensaio 3.R2-Ensaio 3.R1	81,720	24,984	3,271	,001	,039
Ensaio 2 c/d-Ensaio 5	-3,140	24,984	-,126	,900	1,000
Ensaio 2 c/d-Ensaio 1	9,250	24,984	,370	,711	1,000
Ensaio 2 c/d-Ensaio 4	-44,650	24,984	-1,787	,074	1,000
Ensaio 2 c/d-Ensaio 3	-50,240	24,984	-2,011	,044	1,000
Ensaio 2 c/d-Ensaio 3.R1	-55,530	24,984	-2,223	,026	,945
Ensaio 5-Ensaio 1	6,110	24,984	,245	,807	1,000
Ensaio 5-Ensaio 4	41,510	24,984	1,661	,097	1,000
Ensaio 5-Ensaio 3	47,100	24,984	1,885	,059	1,000
Ensaio 5-Ensaio 3.R1	52,390	24,984	2,097	,036	1,000
Ensaio 1-Ensaio 4	-35,400	24,984	-1,417	,157	1,000
Ensaio 1-Ensaio 3	-40,990	24,984	-1,641	,101	1,000
Ensaio 1-Ensaio 3.R1	-46,280	24,984	-1,852	,064	1,000
Ensaio 4-Ensaio 3	5,590	24,984	,224	,823	1,000
Ensaio 4-Ensaio 3.R1	10,880	24,984	,435	,663	1,000
Ensaio 3-Ensaio 3.R1	-5,290	24,984	-,212	,832	1,000

Each row tests the null hypothesis that the Sample 1 and Sample 2 distributions are the same. Asymptotic significances (2-sided tests) are displayed. The significance level is ,05.

Figura I.2: Teste de Kruskal-Wallis com os resultados de migração.



## Anexo I.2. Segunda série de ensaios após 3 dias em garrafa

Each node shows the sample average rank of V4.

Sample1-Sample2	Test Statistic	Std. Error	Std. Test Statistic	Sig.	Adj.Sig.
Referência-Ensaio 4	74,080	20,236	3,661	,000	,005
Referência-Ensaio 5.R2	114,200	20,236	5,644	,000	,000
Referência-Ensaio 5	147,250	20,236	7,277	,000	,000
Referência-Ensaio 4.R2	172,510	20,236	8,525	,000	,000
Referência-Ensaio 5.R1	190,600	20,236	9,419	,000	,000
Referência-Ensaio 4.R1	213,950	20,236	10,573	,000	,000
Ensaio 4-Ensaio 5.R2	-40,120	20,236	-1,983	,047	,996
Ensaio 4-Ensaio 5	-73,170	20,236	-3,616	,000	,006
Ensaio 4-Ensaio 4.R2	-98,430	20,236	-4,864	,000	,000
Ensaio 4-Ensaio 5.R1	-116,520	20,236	-5,758	,000	,000
Ensaio 4-Ensaio 4.R1	-139,870	20,236	-6,912	,000	,000
Ensaio 5.R2-Ensaio 5	33,050	20,236	1,633	,102	1,000
Ensaio 5.R2-Ensaio 4.R2	58,310	20,236	2,882	,004	,083
Ensaio 5.R2-Ensaio 5.R1	76,400	20,236	3,776	,000	,003
Ensaio 5.R2-Ensaio 4.R1	99,750	20,236	4,929	,000	,000
Ensaio 5-Ensaio 4.R2	25,260	20,236	1,248	,212	1,000
Ensaio 5-Ensaio 5.R1	-43,350	20,236	-2,142	,032	,676
Ensaio 5-Ensaio 4.R1	66,700	20,236	3,296	,001	,021
Ensaio 4.R2-Ensaio 5.R1	-18,090	20,236	-,894	,371	1,000
Ensaio 4.R2-Ensaio 4.R1	41,440	20,236	2,048	,041	,852
Ensaio 5.R1-Ensaio 4.R1	23,350	20,236	1,154	,249	1,000

Each row tests the null hypothesis that the Sample 1 and Sample 2 distributions are the same.  
Asymptotic significances (2-sided tests) are displayed. The significance level is ,05.

Figura I.3: Teste de Kruskal-Wallis com os resultados das forças de extração.

Each node shows the sample average rank of V4.

Sample1-Sample2	Test Statistic	Std. Error	Std. Test Statistic	Sig.	Adj.Sig.
Referência-Ensaio 4.R2	19,560	19,287	1,014	,310	1,000
Referência-Ensaio 5.R1	32,660	19,287	1,693	,090	1,000
Referência-Ensaio 4.R1	51,630	19,287	2,677	,007	,156
Referência-Ensaio 5	78,470	19,287	4,069	,000	,001
Referência-Ensaio 5.R2	96,600	19,287	5,009	,000	,000
Referência-Ensaio 4	114,480	19,287	5,936	,000	,000
Ensaio 4.R2-Ensaio 5.R1	-13,100	19,287	-,679	,497	1,000
Ensaio 4.R2-Ensaio 4.R1	32,070	19,287	1,663	,096	1,000
Ensaio 4.R2-Ensaio 5	-58,910	19,287	-3,054	,002	,047
Ensaio 4.R2-Ensaio 5.R2	-77,040	19,287	-3,994	,000	,001
Ensaio 4.R2-Ensaio 4	94,920	19,287	4,922	,000	,000
Ensaio 5.R1-Ensaio 4.R1	18,970	19,287	,984	,325	1,000
Ensaio 5.R1-Ensaio 5	45,810	19,287	2,375	,018	,368
Ensaio 5.R1-Ensaio 5.R2	-63,940	19,287	-3,315	,001	,019
Ensaio 5.R1-Ensaio 4	81,820	19,287	4,242	,000	,000
Ensaio 4.R1-Ensaio 5	-26,840	19,287	-1,392	,164	1,000
Ensaio 4.R1-Ensaio 5.R2	-44,970	19,287	-2,332	,020	,414
Ensaio 4.R1-Ensaio 4	62,850	19,287	3,259	,001	,024
Ensaio 5-Ensaio 5.R2	-18,130	19,287	-,940	,347	1,000
Ensaio 5-Ensaio 4	36,010	19,287	1,867	,062	1,000
Ensaio 5.R2-Ensaio 4	17,880	19,287	,927	,354	1,000

Each row tests the null hypothesis that the Sample 1 and Sample 2 distributions are the same.  
Asymptotic significances (2-sided tests) are displayed. The significance level is ,05.

Figura I.4: Teste de Kruskal-Wallis com os resultados de migração de solução corada.

Each node shows the sample average rank of V4.

Sample1-Sample2	Test Statistic	Std. Error	Std. Test Statistic	Sig.	Adj.Sig.
Referência-Ensaio 4.R1	28,050	20,236	1,386	,166	1,000
Referência-Ensaio 5.R1	69,230	20,236	3,421	,001	,013
Referência-Ensaio 4.R2	70,700	20,236	3,494	,000	,010
Referência-Ensaio 5.R2	89,600	20,236	4,428	,000	,000
Referência-Ensaio 5	112,050	20,236	5,537	,000	,000
Referência-Ensaio 4	115,750	20,236	5,720	,000	,000
Ensaio 4.R1-Ensaio 5.R1	-41,180	20,236	-2,035	,042	,879
Ensaio 4.R1-Ensaio 4.R2	-42,650	20,236	-2,108	,035	,736
Ensaio 4.R1-Ensaio 5.R2	-61,550	20,236	-3,042	,002	,049
Ensaio 4.R1-Ensaio 5	-84,000	20,236	-4,151	,000	,001
Ensaio 4.R1-Ensaio 4	87,700	20,236	4,334	,000	,000
Ensaio 5.R1-Ensaio 4.R2	1,470	20,236	,073	,942	1,000
Ensaio 5.R1-Ensaio 5.R2	-20,370	20,236	-1,007	,314	1,000
Ensaio 5.R1-Ensaio 5	42,820	20,236	2,116	,034	,721
Ensaio 5.R1-Ensaio 4	46,520	20,236	2,299	,022	,452
Ensaio 4.R2-Ensaio 5.R2	-18,900	20,236	-,934	,350	1,000
Ensaio 4.R2-Ensaio 5	-41,350	20,236	-2,043	,041	,861
Ensaio 4.R2-Ensaio 4	45,050	20,236	2,226	,026	,546
Ensaio 5.R2-Ensaio 5	22,450	20,236	1,109	,267	1,000
Ensaio 5.R2-Ensaio 4	26,150	20,236	1,292	,196	1,000
Ensaio 5-Ensaio 4	3,700	20,236	,183	,855	1,000

Each row tests the null hypothesis that the Sample 1 and Sample 2 distributions are the same.  
Asymptotic significances (2-sided tests) are displayed. The significance level is ,05.

Figura I.5: Teste de Kruskal-Wallis com os resultados de absorção de solução corada.

## Anexo I.3. Segunda série de ensaios após 8 dias em garrafa

### Anexo I.3.1. Temperatura ambiente

Each node shows the sample average rank of V4.

Sample1-Sample2	Test Statistic	Std. Error	Std. Test Statistic	Sig.	Adj.Sig.
Referência-5.R2	3,750	6,519	,575	,565	1,000
Referência-5.R1	4,350	6,519	,667	,505	1,000
Referência-4.R1	11,150	6,519	1,710	,087	,872
Referência-4.R2	22,500	6,519	3,452	,001	,006
5.R2-5.R1	,600	6,519	,092	,927	1,000
5.R2-4.R1	7,400	6,519	1,135	,256	1,000
5.R2-4.R2	18,750	6,519	2,876	,004	,040
5.R1-4.R1	6,800	6,519	1,043	,297	1,000
5.R1-4.R2	18,150	6,519	2,784	,005	,054
4.R1-4.R2	-11,350	6,519	-1,741	,082	,817

Each row tests the null hypothesis that the Sample 1 and Sample 2 distributions are the same. Asymptotic significances (2-sided tests) are displayed. The significance level is ,05.

Figura I.6: Teste de Kruskal-Wallis com os resultados das forças de extração.

Each node shows the sample average rank of V4.

Sample1-Sample2	Test Statistic	Std. Error	Std. Test Statistic	Sig.	Adj.Sig.
5.R2-4.R2	1,700	6,519	,261	,794	1,000
5.R2-5.R1	8,400	6,519	1,289	,198	1,000
5.R2-4.R1	15,550	6,519	2,385	,017	,171
5.R2-Referência	-16,850	6,519	-2,585	,010	,097
4.R2-5.R1	-6,700	6,519	-1,028	,304	1,000
4.R2-4.R1	13,850	6,519	2,125	,034	,336
4.R2-Referência	-15,150	6,519	-2,324	,020	,201
5.R1-4.R1	7,150	6,519	1,097	,273	1,000
5.R1-Referência	-8,450	6,519	-1,296	,195	1,000
4.R1-Referência	-1,300	6,519	-,199	,842	1,000

Each row tests the null hypothesis that the Sample 1 and Sample 2 distributions are the same. Asymptotic significances (2-sided tests) are displayed. The significance level is ,05.

Figura I.7: Teste de Kruskal-Wallis com os resultados de absorção de vinho.

### Anexo I.3.2. À temperatura de 1°C

Each node shows the sample average rank of V4.

Sample1-Sample2	Test Statistic	Std. Error	Std. Test Statistic	Sig.	Adj.Sig.
Referência-5.R1	4,200	6,518	,644	,519	1,000
Referência-5.R2	9,350	6,518	1,434	,151	1,000
Referência-4.R1	15,500	6,518	2,378	,017	,174
Referência-4.R2	31,450	6,518	4,825	,000	,000
5.R1-5.R2	-5,150	6,518	-,790	,429	1,000
5.R1-4.R1	11,300	6,518	1,734	,083	,830
5.R1-4.R2	27,250	6,518	4,181	,000	,000
5.R2-4.R1	6,150	6,518	,944	,345	1,000
5.R2-4.R2	22,100	6,518	3,391	,001	,007
4.R1-4.R2	-15,950	6,518	-2,447	,014	,144

Each row tests the null hypothesis that the Sample 1 and Sample 2 distributions are the same. Asymptotic significances (2-sided tests) are displayed. The significance level is ,05.

Figura I.8: Teste de Kruskal-Wallis com os resultados das forças de extração.

Each node shows the sample average rank of V4.

Sample1-Sample2	Test Statistic	Std. Error	Std. Test Statistic	Sig.	Adj.Sig.
4.R2-5.R1	-8,450	6,519	-1,296	,195	1,000
4.R2-5.R2	-9,300	6,519	-1,427	,154	1,000
4.R2-4.R1	15,350	6,519	2,355	,019	,185
4.R2-Referência	-29,400	6,519	-4,510	,000	,000
5.R1-5.R2	-,850	6,519	-,130	,896	1,000
5.R1-4.R1	6,900	6,519	1,058	,290	1,000
5.R1-Referência	-20,950	6,519	-3,214	,001	,013
5.R2-4.R1	6,050	6,519	,928	,353	1,000
5.R2-Referência	-20,100	6,519	-3,083	,002	,020
4.R1-Referência	-14,050	6,519	-2,155	,031	,311

Each row tests the null hypothesis that the Sample 1 and Sample 2 distributions are the same. Asymptotic significances (2-sided tests) are displayed. The significance level is ,05.

Figura I.9: Teste de Kruskal-Wallis com os resultados de absorção de vinho.

### Anexo I.3.2. À temperatura de 37°C

Hypothesis Test Summary				
	Null Hypothesis	Test	Sig.	Decision
1	The distribution of F.Extração (da N) is the same across categories of V4.	Independent-Samples Kruskal-Wallis Test	,071	Retain the null hypothesis.

Asymptotic significances are displayed. The significance level is ,05.

Figura I.10: Teste de Kruskal-Wallis com os resultados das forças de extração.

Hypothesis Test Summary				
	Null Hypothesis	Test	Sig.	Decision
1	The distribution of Absorção (%) is the same across categories of V4.	Independent-Samples Kruskal-Wallis Test	,643	Retain the null hypothesis.

Asymptotic significances are displayed. The significance level is ,05.

Figura I.11: Teste de Kruskal-Wallis com os resultados de absorção de vinho.

## Anexo I.4. Terceira série de ensaios após 8 dias em garrafa

### Anexo I.4.1. Temperatura ambiente

Each node shows the sample average rank of V4.

Sample1-Sample2	Test Statistic	Std. Error	Std. Test Statistic	Sig.	Adj.Sig.
Ref. 2-Ref. 1	2,800	12,973	,216	,829	1,000
Ref. 2-Ref. 4	-5,950	12,973	-,459	,646	1,000
Ref. 2-Ref. 5	-11,200	12,973	-,863	,388	1,000
Ref. 2-Ensaio 9	15,100	12,973	1,164	,244	1,000
Ref. 2-Ref. 3	-20,750	12,973	-1,599	,110	1,000
Ref. 2-Ensaio 10	22,850	12,973	1,761	,078	1,000
Ref. 2-Ensaio 8	24,400	12,973	1,881	,060	1,000
Ref. 2-Ensaio 7	46,250	12,973	3,565	,000	,016
Ref. 2-Ensaio 6	54,200	12,973	4,178	,000	,001
Ref. 1-Ref. 4	-3,150	12,973	-,243	,808	1,000
Ref. 1-Ref. 5	-8,400	12,973	-,647	,517	1,000
Ref. 1-Ensaio 9	12,300	12,973	,948	,343	1,000
Ref. 1-Ref. 3	-17,950	12,973	-1,384	,166	1,000
Ref. 1-Ensaio 10	20,050	12,973	1,545	,122	1,000
Ref. 1-Ensaio 8	21,600	12,973	1,665	,096	1,000
Ref. 1-Ensaio 7	43,450	12,973	3,349	,001	,036
Ref. 1-Ensaio 6	51,400	12,973	3,962	,000	,003
Ref. 4-Ref. 5	-5,250	12,973	-,405	,686	1,000
Ref. 4-Ensaio 9	9,150	12,973	,705	,481	1,000
Ref. 4-Ref. 3	14,800	12,973	1,141	,254	1,000
Ref. 4-Ensaio 10	16,900	12,973	1,303	,193	1,000
Ref. 4-Ensaio 8	18,450	12,973	1,422	,155	1,000
Ref. 4-Ensaio 7	40,300	12,973	3,106	,002	,085
Ref. 4-Ensaio 6	48,250	12,973	3,719	,000	,009
Ref. 5-Ensaio 9	3,900	12,973	,301	,764	1,000
Ref. 5-Ref. 3	9,550	12,973	,736	,462	1,000
Ref. 5-Ensaio 10	11,650	12,973	,898	,369	1,000
Ref. 5-Ensaio 8	13,200	12,973	1,017	,309	1,000
Ref. 5-Ensaio 7	35,050	12,973	2,702	,007	,310
Ref. 5-Ensaio 6	43,000	12,973	3,315	,001	,041
Ensaio 9-Ref. 3	-5,650	12,973	-,436	,663	1,000
Ensaio 9-Ensaio 10	7,750	12,973	,597	,550	1,000
Ensaio 9-Ensaio 8	9,300	12,973	,717	,473	1,000
Ensaio 9-Ensaio 7	31,150	12,973	2,401	,016	,736
Ensaio 9-Ensaio 6	39,100	12,973	3,014	,003	,116
Ref. 3-Ensaio 10	2,100	12,973	,162	,871	1,000
Ref. 3-Ensaio 8	3,650	12,973	,281	,778	1,000
Ref. 3-Ensaio 7	25,500	12,973	1,966	,049	1,000
Ref. 3-Ensaio 6	33,450	12,973	2,578	,010	,447
Ensaio 10-Ensaio 8	-1,550	12,973	-,119	,905	1,000
Ensaio 10-Ensaio 7	-23,400	12,973	-1,804	,071	1,000
Ensaio 10-Ensaio 6	-31,350	12,973	-2,417	,016	,705
Ensaio 8-Ensaio 7	21,850	12,973	1,684	,092	1,000
Ensaio 8-Ensaio 6	29,800	12,973	2,297	,022	,973
Ensaio 7-Ensaio 6	7,950	12,973	,613	,540	1,000

Each row tests the null hypothesis that the Sample 1 and Sample 2 distributions are the same. Asymptotic significances (2-sided tests) are displayed. The significance level is ,05.

Figura I.12: Teste de Kruskal-Wallis com os resultados das forças de extração.

Hypothesis Test Summary				
	Null Hypothesis	Test	Sig.	Decision
1	The distribution of Migração (mm) is the same across categories of V4.	Independent-Samples Kruskal-Wallis Test	,201	Retain the null hypothesis.

Asymptotic significances are displayed. The significance level is ,05.

Figura I.13: Teste de Kruskal-Wallis com os resultados de migração de vinho.

Hypothesis Test Summary				
	Null Hypothesis	Test	Sig.	Decision
1	The distribution of Absorção (%) is the same across categories of V4.	Independent-Samples Kruskal-Wallis Test	,427	Retain the null hypothesis.

Asymptotic significances are displayed. The significance level is ,05.

Figura I.14: Teste de Kruskal-Wallis com os resultados de absorção de vinho.



## Anexo I.4.2. 1°C

Each node shows the sample average rank of V4.

Sample1-Sample2	Test Statistic	Std. Error	Std. Test Statistic	Sig.	Adj.Sig.
Ensaio 8-Ref. 3	-6,100	12,973	-,470	,638	1,000
Ensaio 8-Ref. 5	-6,600	12,973	-,509	,611	1,000
Ensaio 8-Ref. 2	-7,950	12,973	-,613	,540	1,000
Ensaio 8-Ref. 1	-17,100	12,973	-1,318	,187	1,000
Ensaio 8-Ref. 4	-17,300	12,973	-1,334	,182	1,000
Ensaio 8-Ensaio 10	19,700	12,973	1,519	,129	1,000
Ensaio 8-Ensaio 9	-32,150	12,973	-2,478	,013	,594
Ensaio 8-Ensaio 7	38,500	12,973	2,968	,003	,135
Ensaio 8-Ensaio 6	53,100	12,973	4,093	,000	,002
Ref. 3-Ref. 5	-,500	12,973	-,039	,969	1,000
Ref. 3-Ref. 2	1,850	12,973	,143	,887	1,000
Ref. 3-Ref. 1	11,000	12,973	,848	,396	1,000
Ref. 3-Ref. 4	-11,200	12,973	-,863	,388	1,000
Ref. 3-Ensaio 10	13,600	12,973	1,048	,294	1,000
Ref. 3-Ensaio 9	26,050	12,973	2,008	,045	1,000
Ref. 3-Ensaio 7	32,400	12,973	2,497	,013	,563
Ref. 3-Ensaio 6	47,000	12,973	3,623	,000	,013
Ref. 5-Ref. 2	1,350	12,973	,104	,917	1,000
Ref. 5-Ref. 1	10,500	12,973	,809	,418	1,000
Ref. 5-Ref. 4	10,700	12,973	,825	,409	1,000
Ref. 5-Ensaio 10	13,100	12,973	1,010	,313	1,000
Ref. 5-Ensaio 9	25,550	12,973	1,969	,049	1,000
Ref. 5-Ensaio 7	31,900	12,973	2,469	,014	,627
Ref. 5-Ensaio 6	46,500	12,973	3,584	,000	,015
Ref. 2-Ref. 1	9,150	12,973	,705	,481	1,000
Ref. 2-Ref. 4	-9,350	12,973	-,721	,471	1,000
Ref. 2-Ensaio 10	11,750	12,973	,906	,365	1,000
Ref. 2-Ensaio 9	24,200	12,973	1,865	,062	1,000
Ref. 2-Ensaio 7	30,550	12,973	2,355	,019	,834
Ref. 2-Ensaio 6	45,150	12,973	3,480	,001	,023
Ref. 1-Ref. 4	-,200	12,973	-,015	,988	1,000
Ref. 1-Ensaio 10	2,600	12,973	,200	,841	1,000
Ref. 1-Ensaio 9	15,050	12,973	1,160	,246	1,000
Ref. 1-Ensaio 7	21,400	12,973	1,650	,099	1,000
Ref. 1-Ensaio 6	36,000	12,973	2,775	,006	,248
Ref. 4-Ensaio 10	2,400	12,973	,185	,853	1,000
Ref. 4-Ensaio 9	14,850	12,973	1,145	,252	1,000
Ref. 4-Ensaio 7	21,200	12,973	1,634	,102	1,000
Ref. 4-Ensaio 6	35,000	12,973	2,760	,006	,260
Ensaio 10-Ensaio 9	-12,450	12,973	-,960	,337	1,000
Ensaio 10-Ensaio 7	-18,800	12,973	-1,449	,147	1,000
Ensaio 10-Ensaio 6	-33,400	12,973	-2,575	,010	,452
Ensaio 9-Ensaio 7	6,350	12,973	,489	,625	1,000
Ensaio 9-Ensaio 6	20,950	12,973	1,615	,106	1,000
Ensaio 7-Ensaio 6	14,600	12,973	1,125	,260	1,000

Each row tests the null hypothesis that the Sample 1 and Sample 2 distributions are the same. Asymptotic significances (2-sided tests) are displayed. The significance level is .05.

Figura I.15: Teste de Kruskal-Wallis com os resultados das forças de extração.

Each node shows the sample average rank of V4.

Sample1-Sample2	Test Statistic	Std. Error	Std. Test Statistic	Sig.	Adj.Sig.
Ref. 1-Ensaio 8	9,850	12,974	,759	,448	1,000
Ref. 1-Ensaio 9	9,850	12,974	,759	,448	1,000
Ref. 1-Ensaio 6	13,450	12,974	1,037	,300	1,000
Ref. 1-Ensaio 10	17,350	12,974	1,337	,181	1,000
Ref. 1-Ref. 2	-26,550	12,974	-2,046	,041	1,000
Ref. 1-Ensaio 7	27,050	12,974	2,085	,037	1,000
Ref. 1-Ref. 3	-37,150	12,974	-2,863	,004	,189
Ref. 1-Ref. 4	-44,800	12,974	-3,453	,001	,025
Ref. 1-Ref. 5	-48,450	12,974	-3,734	,000	,008
Ensaio 8-Ensaio 9	,000	12,974	,000	1,000	1,000
Ensaio 8-Ensaio 6	3,600	12,974	,277	,781	1,000
Ensaio 8-Ensaio 10	7,500	12,974	,578	,563	1,000
Ensaio 8-Ref. 2	-16,700	12,974	-1,287	,198	1,000
Ensaio 8-Ensaio 7	17,200	12,974	1,326	,185	1,000
Ensaio 8-Ref. 3	-27,300	12,974	-2,104	,035	1,000
Ensaio 8-Ref. 4	-34,950	12,974	-2,694	,007	,318
Ensaio 8-Ref. 5	-38,600	12,974	-2,975	,003	,132
Ensaio 9-Ensaio 6	3,600	12,974	,277	,781	1,000
Ensaio 9-Ensaio 10	7,500	12,974	,578	,563	1,000
Ensaio 9-Ref. 2	-16,700	12,974	-1,287	,198	1,000
Ensaio 9-Ensaio 7	17,200	12,974	1,326	,185	1,000
Ensaio 9-Ref. 3	-27,300	12,974	-2,104	,035	1,000
Ensaio 9-Ref. 4	-34,950	12,974	-2,694	,007	,318
Ensaio 9-Ref. 5	-38,600	12,974	-2,975	,003	,132
Ensaio 6-Ensaio 10	3,900	12,974	,301	,764	1,000
Ensaio 6-Ref. 2	-13,100	12,974	-1,010	,313	1,000
Ensaio 6-Ensaio 7	-13,600	12,974	-1,048	,295	1,000
Ensaio 6-Ref. 3	-23,700	12,974	-1,827	,068	1,000
Ensaio 6-Ref. 4	-31,350	12,974	-2,416	,016	,705
Ensaio 6-Ref. 5	-35,000	12,974	-2,698	,007	,314
Ensaio 10-Ref. 2	-9,200	12,974	-,709	,478	1,000
Ensaio 10-Ensaio 7	-9,700	12,974	-,748	,455	1,000
Ensaio 10-Ref. 3	-19,800	12,974	-1,526	,127	1,000
Ensaio 10-Ref. 4	-27,450	12,974	-2,116	,034	1,000
Ensaio 10-Ref. 5	-31,100	12,974	-2,397	,017	,744
Ref. 2-Ensaio 7	,500	12,974	,039	,969	1,000
Ref. 2-Ref. 3	-10,600	12,974	-,817	,414	1,000
Ref. 2-Ref. 4	-18,250	12,974	-1,407	,160	1,000
Ref. 2-Ref. 5	-21,900	12,974	-1,688	,091	1,000
Ensaio 7-Ref. 3	-10,100	12,974	-,778	,436	1,000
Ensaio 7-Ref. 4	-17,750	12,974	-1,368	,171	1,000
Ensaio 7-Ref. 5	-21,400	12,974	-1,649	,099	1,000
Ref. 3-Ref. 4	-7,650	12,974	-,590	,555	1,000
Ref. 3-Ref. 5	-11,300	12,974	-,871	,384	1,000
Ref. 4-Ref. 5	-3,650	12,974	-,281	,778	1,000

Each row tests the null hypothesis that the Sample 1 and Sample 2 distributions are the same. Asymptotic significances (2-sided tests) are displayed. The significance level is .05.

Figura I.16: Teste de Kruskal-Wallis com os resultados de absorção de vinho.

### Anexo I.4.3. 37°C

Each node shows the sample average rank of V4.

Sample1-Sample2	Test Statistic	Std. Error	Std. Test Statistic	Sig.	Adj.Sig.
Ensaio 8-Ref. 1	-18,200	12,973	-1,403	,161	1,000
Ensaio 8-Ensaio 6	26,350	12,973	2,031	,042	1,000
Ensaio 8-Ref. 4	-28,400	12,973	-2,189	,029	1,000
Ensaio 8-Ensaio 10	29,100	12,973	2,243	,025	1,000
Ensaio 8-Ref. 3	-34,600	12,973	-2,667	,008	,344
Ensaio 8-Ref. 5	-36,300	12,973	-2,798	,005	,231
Ensaio 8-Ensaio 7	36,950	12,973	2,848	,004	,198
Ensaio 8-Ensaio 9	-37,100	12,973	-2,860	,004	,191
Ensaio 8-Ref. 2	-52,500	12,973	-4,047	,000	,002
Ref. 1-Ensaio 6	8,150	12,973	,628	,530	1,000
Ref. 1-Ref. 4	-10,200	12,973	-,786	,432	1,000
Ref. 1-Ensaio 10	10,900	12,973	,840	,401	1,000
Ref. 1-Ref. 3	-16,400	12,973	-1,264	,206	1,000
Ref. 1-Ref. 5	-18,100	12,973	-1,395	,163	1,000
Ref. 1-Ensaio 7	18,750	12,973	1,445	,148	1,000
Ref. 1-Ensaio 9	18,900	12,973	1,457	,145	1,000
Ref. 1-Ref. 2	-34,300	12,973	-2,644	,008	,369
Ensaio 6-Ref. 4	-2,050	12,973	-,158	,874	1,000
Ensaio 6-Ensaio 10	2,750	12,973	,212	,832	1,000
Ensaio 6-Ref. 3	-8,250	12,973	-,636	,525	1,000
Ensaio 6-Ref. 5	-9,950	12,973	-,767	,443	1,000
Ensaio 6-Ensaio 7	-10,600	12,973	-,817	,414	1,000
Ensaio 6-Ensaio 9	-10,750	12,973	-,829	,407	1,000
Ensaio 6-Ref. 2	-26,150	12,973	-2,016	,044	1,000
Ref. 4-Ensaio 10	,700	12,973	,054	,957	1,000
Ref. 4-Ref. 3	6,200	12,973	,478	,633	1,000
Ref. 4-Ref. 5	-7,900	12,973	-,609	,543	1,000
Ref. 4-Ensaio 7	8,550	12,973	,659	,510	1,000
Ref. 4-Ensaio 9	8,700	12,973	,671	,502	1,000
Ref. 4-Ref. 2	24,100	12,973	1,858	,063	1,000
Ensaio 10-Ref. 3	-5,500	12,973	-,424	,672	1,000
Ensaio 10-Ref. 5	-7,200	12,973	-,555	,579	1,000
Ensaio 10-Ensaio 7	-7,850	12,973	-,605	,545	1,000
Ensaio 10-Ensaio 9	-8,000	12,973	-,617	,537	1,000
Ensaio 10-Ref. 2	-23,400	12,973	-1,804	,071	1,000
Ref. 3-Ref. 5	-1,700	12,973	-,131	,896	1,000
Ref. 3-Ensaio 7	2,350	12,973	,181	,856	1,000
Ref. 3-Ensaio 9	2,500	12,973	,193	,847	1,000
Ref. 3-Ref. 2	17,900	12,973	1,300	,160	1,000
Ref. 5-Ensaio 7	,650	12,973	,050	,960	1,000
Ref. 5-Ensaio 9	,800	12,973	,062	,951	1,000
Ref. 5-Ref. 2	16,200	12,973	1,249	,212	1,000
Ensaio 7-Ensaio 9	-,150	12,973	-,012	,991	1,000
Ensaio 7-Ref. 2	-15,550	12,973	-1,199	,231	1,000
Ensaio 9-Ref. 2	-15,400	12,973	-1,187	,235	1,000

Each row tests the null hypothesis that the Sample 1 and Sample 2 distributions are the same. Asymptotic significances (2-sided tests) are displayed. The significance level is .05.

Figura I.17: Teste de Kruskal-Wallis com os resultados das forças de extração.

### Hypothesis Test Summary

	Null Hypothesis	Test	Sig.	Decision
1	The distribution of Migração (mm) is the same across categories of V4.	Independent-Samples Kruskal-Wallis Test	,242	Retain the null hypothesis.

Asymptotic significances are displayed. The significance level is ,05.

Figura I.18: Teste de Kruskal-Wallis com os resultados de migração de vinho.

### Hypothesis Test Summary

	Null Hypothesis	Test	Sig.	Decision
1	The distribution of Absorção (%) is the same across categories of V4.	Independent-Samples Kruskal-Wallis Test	,417	Retain the null hypothesis.

Asymptotic significances are displayed. The significance level is ,05.

Figura I.19: Teste de Kruskal-Wallis com os resultados de absorção de vinho.

## Anexo I.5. Rolhas engarrafadas em cave

### Anexo I.5.1. Após 1 mês

### Hypothesis Test Summary

	Null Hypothesis	Test	Sig.	Decision
1	The distribution of F. Extração (daN) is the same across categories of V4.	Independent-Samples Kruskal-Wallis Test	,251	Retain the null hypothesis.

Asymptotic significances are displayed. The significance level is ,05.

Figura I.20: Teste de Kruskal-Wallis com os resultados das forças de extração.

Each node shows the sample average rank of V4.

Sample1-Sample2	Test Statistic	Std. Error	Std. Test Statistic	Sig.	Adj.Sig.
Referência-Ensaio 4.R1	1,500	4,082	,367	,713	1,000
Referência-Ensaio 5.R2	2,667	4,082	,653	,514	1,000
Referência-Ensaio 5.R1	12,500	4,082	3,062	,002	,013
Ensaio 4.R1-Ensaio 5.R2	-1,167	4,082	-,286	,775	1,000
Ensaio 4.R1-Ensaio 5.R1	-11,000	4,082	-2,694	,007	,042
Ensaio 5.R2-Ensaio 5.R1	9,833	4,082	2,409	,016	,096

Each row tests the null hypothesis that the Sample 1 and Sample 2 distributions are the same. Asymptotic significances (2-sided tests) are displayed. The significance level is ,05.

Figura I.21: Teste de Kruskal-Wallis com os resultados de absorção de vinho.

## Anexo I.5.2. Após 3 mês

Each node shows the sample average rank of V4.

Sample1-Sample2	Test Statistic	Std. Error	Std. Test Statistic	Sig.	Adj.Sig.
Ensaio 5.R1-Ensaio 5.R2	-3,333	4,082	-,816	,414	1,000
Ensaio 5.R1-Ensaio 4.R1	6,333	4,082	1,551	,121	,725
Ensaio 5.R1-Referência	-12,333	4,082	-3,021	,003	,015
Ensaio 5.R2-Ensaio 4.R1	3,000	4,082	,735	,462	1,000
Ensaio 5.R2-Referência	-9,000	4,082	-2,205	,027	,165
Ensaio 4.R1-Referência	-6,000	4,082	-1,470	,142	,850

Each row tests the null hypothesis that the Sample 1 and Sample 2 distributions are the same.  
Asymptotic significances (2-sided tests) are displayed. The significance level is ,05.

Figura I.22: Teste de Kruskal-Wallis com os resultados das forças de extração.

### Hypothesis Test Summary

	Null Hypothesis	Test	Sig.	Decision
1	The distribution of Absorção (%) is the same across categories of V4.	Independent-Samples Kruskal-Wallis Test	,289	Retain the null hypothesis.

Asymptotic significances are displayed. The significance level is ,05.

Figura I.23: Teste de Kruskal-Wallis com os resultados de absorção de vinho.